2115

THÈSE

PRÉSENTÉE

A L'UNIVERSITÉ DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR 3ÈME CYCLE

PAR

JOEL JOURNAUX

Spécialité : Métallurgie Physique

Sujet de la Thèse : PHÉNOMÈNE PORTEVIN - LECHATELIER DANS LES SOLUTIONS SOLIDES SUBSTITUTIONNELLES DE SYMETRIE CUBIQUE CENTRÉE
APPLICATION AUX ALLIAGES FER - MOLYBDÈNE

Proposition donnée par la Faculté

SOUTENUE LE : 22 - 06 - 1976 DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

PRÉSIDENT : M. A. GUINIER

EXAMINATEURS : M. G. CIZERON

M. G. BERANGER

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548102_0018

THESE

PRESENTEE

A L'UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR 3ème CYCLE

par

J. JOURNAUX

Sujet de la Thèse : Phénomène PORTEVIN LECHATELIER dans les solutions solides substitutionnelles de symétrie cubique centrée. Application aux alliages fer - molybdène.

Proposition donnée par la Faculté

SOUTENUE LE : 22-06-1976 DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

PRESIDENT	M. A. GUINIER
EXAMINATEURS	M. G. CIZERON
	M. G. BERANGER

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

A mes Parents

R E M E R C I E M E N T S

Cette étude a été effectuée dans le Laboratoire de Monsieur le Professeur Georges CIZERON que je tiens à remercier, tout particulièrement, de son accueil et de ses conseils.

Je remercie Monsieur le Professeur A. GUINIER, Membre de l'Institut, et Monsieur G. BERANGER de l'honneur qu'ils me font de juger ce travail.

J'associe également, Madame A. REDOIS, qui a frappé cette Thèse et qui s'est toujours démenée pour me faciliter la tâche.

Je tiens à remercier aussi, Madame M. HAMELIN, de l'INSTN de Saclay pour son aide matérielle.

Je remercie l'équipe du Laboratoire de Structure des Matériaux Métalliques, ainsi que Mademoiselle L. IBORRA, et M.M. P. DUBOTS Y. JOURNAUX, M.C. GUYMONT, V. BERGUIG, M. PELLETIER.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION 1

METHODES EXPERIMENTALES 13

I *Essais de traction* 13

a) Description 13

b) Paramètres mesurés 14

II *Expériences de frottement interne* 15

a) Description de l'appareil 15

b) Conduite des expériences 16

c) Interêt de telles mesures 18

III *Autres techniques utilisées* 21

1°) Rayons X 21

2°) Microdureté 21

3°) Analyse thermique différentielle 21

MATERIAUX UTILISES 22

RESULTATS EXPERIMENTAUX 25

I *Essais de traction* 25

1°) Fer "pur" de base 25

2°) Fe - 0,3 Mo 26

3°) Fe - 3 Mo 27

II *Expériences de frotttement interne* 29

INTERPRETATION 31

I *Interaction interstitiel - substitutionnel* 32

II - *Mécanisme intervenant aux températures les plus basses*

. *Hachures de type A*

1°) Hypothèses

2°) Utilisation des hypothèses de Mac CORMICK

a) Calcul du temps de blocage t_b

b) Application aux alliages Fe - Mo

1°) Calcul de W_M *: énergie d'intéraction maximum entre un atome de molybdène et une dislocation coin*

2°) Calcul du coefficient de diffusion des atomes de molybdène dans le fer α *; détermination de* C_L

3°) Calculs des distances moyenne de diffusion des atomes de molybdène provoquant le blocage des dislocations coins

a) Calcul du nombre d'atomes nécessaire à l'ancrage d'une dislocation

b) Détermination de la distance de diffusion

c) Influence de la distribution des atomes de soluté

1°) Cas de la distribution aléatoire

2°) Cas de la distribution ordonnée

4°) Influence de la température sur le temps de blocage t_b

5°) Influence de la déformation

6°) Calcul de la vitesse de translation des dislocations

7°) Utilisation des résultats pour déterminer le domaine d'existence du phénomène P L C dans le déformation

8°) Conclusion

III Mécanisme intervenant aux températures supérieures :

hachures de type B 74

1°) Calculs 74

2°) Analyse des décrochements 77

3°) Conclusion 82

IV Lien existant entre phénomènes microscopiques et macroscopiques 84

CONCLUSION GENERALE 85

Annexe I 89

Annexe II 93

Annexe III 98

Annexe IV 103

BIBLIOGRAPHIE 106

INTRODUCTION

Le but de ce travail est essentiellement l'étude du phénomène PORTEVIN-LE CHATELIER, manifestation du vieillissement dynamique (dynamic strain ageing), dans des alliages de structure cubique centrée, en l'occurence des solutions solides substitutionnelles fer - molybdène. Alors que ce phénomène a fait l'objet de nombreux travaux dans le cas des solutions solides cubiques centrées à soluté de nature interstitielle principalement carbone et azote et dans le cas des solutions solides cubiques à faces centrées substitutionnelles, fort peu d'études ont été effectuées sur les solutions solides cubiques centrées de nature substitutionnelle.

La compréhension des mécanismes intervenant lors de la déformation de tels alliages est grandement compliquée par la présence presque inévitable d'atomes d'interstitiels, venant ajouter leur contribution au phénomène ; les éléments susceptibles d'intervenir dans ce contexte sont essentiellement les atomes de carbone et d'azote, car aucun effet sensible des atomes d'oxygène n'a jamais été signalé : de fait, en particulier J. BAIRD (1) a constaté expérimentalement que le vieillissement dynamique n'était pas observé dans le cas d'alliages contaminés en oxygène. Même dans le cas où les teneurs en interstitiels des solutions solides cubiques centrées à soluté substitutionnel ont été minimisées, les mécanismes contrôlant le vieillissement dynamique lors de la déformation plastique à chaud n'ont pas été clairement explicités. Ce fait nous a donc conduit à étudier les solutions solides Fe Mo précitées puis à tenter de formuler quelques hypothèses pour en interpréter le comportement.

Pour mieux situer le contexte dans lequel nous avons oeuvré, nous allons d'abord procéder à une synthèse des connaissances actuelles sur les phénomènes de vieillissement dynamique, également désigné de façon courante sous le vocable de : phénomène PORTEVIN LE CHATELIER (PL

Certains alliages se déforment de façon inhomogène dans des domaines de température et de vitesse de déformation bien définis. Les courbes de traction présentent alors des portions hachurées (allongement discontinu) dans la zone correspondant à la déformation plastique. Ce phénomène a été observé pour la première fois en 1923 par PORTEVIN et LE CHATELIER (2) sur des aciers à faible teneur en carbone.

Depuis les travaux de NABARRO et de COTTRELL, il semble bien établi que ce phénomène est directement relié au vieillissement dynamique de l'alliage, c'est à dire à l'interaction des dislocations mobiles avec les atomes de soluté. Les conséquences macroscopiques principales sur les propriétés mécaniques consistent en une augmentation de la contrainte d'écoulement pour un allongement donné accompagnée d'une diminution de la ductilité ("fragilité au bleu" des aciers).

Ultérieurement, le phénomène a été mis en évidence sur d'autres solutions solides cubiques centrées interstitielles et surtout sur des solutions solides cubiques à faces centrées substitutionnelles telles que Al - Mg ; Al - Cu ....

Rappel des différents modèles proposés pour interpréter le phénomène

Les premières hypothèses ont été émises par NABARRO (3) dans le but d'expliquer le PLC observé dans les aciers, résultant d'une interaction entre les atomes interstitiels (carbone et azote) et les dislocations.

Ces concepts ont été repris puis étendus par COTTRELL (4), COTTRELL et BILBY (5), et COTTRELL et JASWON (6) pour expliquer le

décrochement à la limite élastique, ("yield point") ainsi que le vieillissement statique et dynamique des alliages métalliques en termes d'atmosphères d'atomes d'impureté "piégeant" les dislocations. Les atomes interstitiels dissous dans un cristal de symétrie cubique centrée provoquent une distorsion du réseau.

La zone perturbée entourant chaque atome ne présente pas une symétrie sphérique ; de fait le tenseur des déformations n'est pas diagonal. Les champs de contraintes résultant de cette déformation localisée interagissent alors d'une part avec les composantes de cisaillement des dislocations vis, d'autre part avec les composantes hydrostatiques des dislocations coin. Les déformations induites par chaque dislocation peuvent alors être en partie minimisées par la présence de ces atomes convenablement réarrangés à leur voisinage : une telle distribution implique d'abord une diffusion de ces atomes vers les dislocations qui forment une "atmosphère" autour de celles-ci. Parallèlement, il se produit une diminution locale de l'énergie de la dislocation à la faveur de l'interaction qui s'établit entre l'atome interstitiel et la dislocation.

Lors d'une sollicitation mécanique, une contrainte supérieure est nécessaire pour mettre en mouvement une dislocation entourée d'une atmosphère, par rapport à celle nécessaire pour mobiliser une dislocation n'en possédant pas.

Ce modèle justifie le phénomène de décrochement à la limite élastique (yield point) et dans le cas du vieillissement dynamique, a conduit les auteurs à interpréter les hachures observées comme étant une succession de "yield point". Au cours d'une déformation effectuée dans les conditions de température et de vitesse où le

vieillissement dynamique se manifeste, l'activation thermique est suffisante pour permettre au soluté de diffuser vers / ou avec / les dislocations, pourvu que la vitesse de ces défauts linéaires soit comprise entre certaines limites fixées dépendant de la vitesse de déformation imposée. Si la dislocation se trouve ralentie ou arrêtée par certains obstacles (par exemple un joint de grain, une zone de GUINIER-PRESTON ou d'autres dislocations), une atmosphère peut alors se former et ancrer la dislocation primitivement mobile. Une contrainte supérieure à celle rencontrée dans les conditions normales sera alors nécessaire pour arracher la dislocation à son atmosphère, cette dernière restant pour autant immobile : cette élévation de la contrainte macroscopique d'écoulement est suffisamment notable pour qu'elle soit expérimentalement observée. La contrainte appliquée, qui s'ajoute algèbriquement à la contrainte interne, peut en fait, soit remobiliser la dislocation comme il vient d'être signalé, soit contribuer à créer de nouvelles dislocations mobiles par activation de sources (du type FRANK et READ). Ces deux possibilités se rencontrent tant que la température n'est pas trop élevée et dans les deux cas les dislocations étant libérées et dépourvues de leurs atmosphères la déformation devient plus facile, d'où la chute macroscopique de la contrainte qui est observée. Une répétition de ce phénomène peut alors rendre compte de l'allongement discontinu observé sur les courbes contrainte-élongation, lequel se traduit avec une machine dure par une oscillation apparente de la contrainte entre deux valeurs différant au plus de quelques hbar.

COTTRELL et JASWON (6) ont étendu cette théorie aux dislocations en mouvement. Ils ont montré qu'une dislocation en mouvement peut entraîner avec elle son atmosphère (cas des températures plus élevées) ; elle est alors soumise à une force de friction opposée à ce mouvement (fig. 1), laquelle est due à une perturbation de la configuration

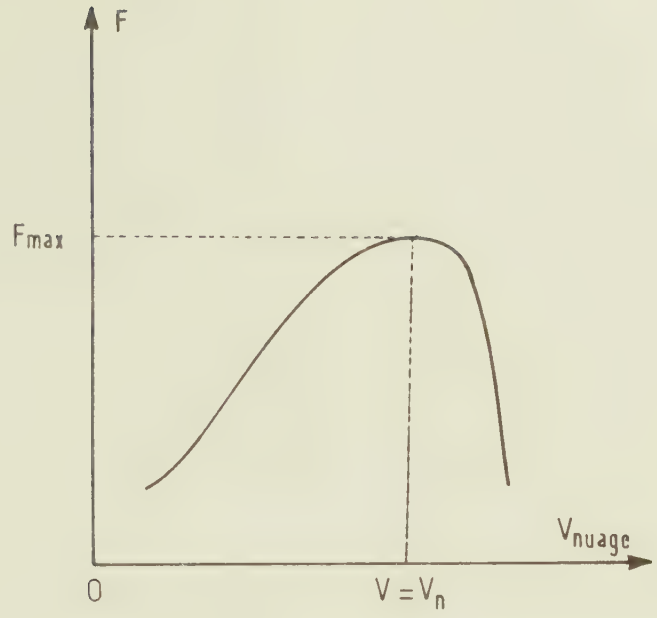


Figure 1 : Force de friction exercée par une atmosphère de soluté sur une dislocation en mouvement à la vitesse v.

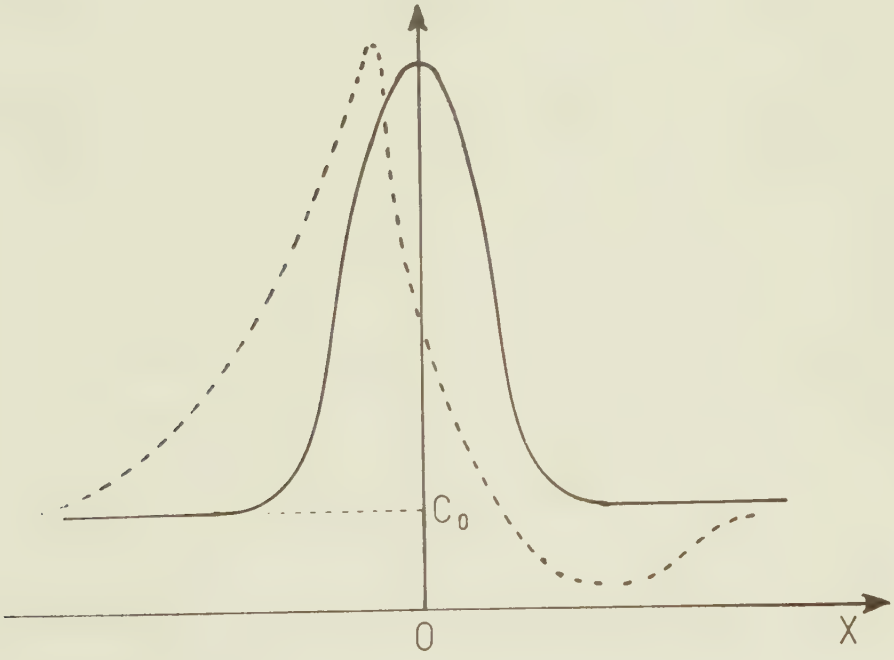


Figure 2 : Concentration de soluté autour d'une dislocation coin située en 0
trait plein : dislocation immobile
trait pointillé : dislocation en mouvement.

d'équilibre de ce nuage en ce sens qu'il y a redistribution temporaire des concentrations (fig. 2). Cette "force frein" est sensiblement proportionnelle à la vitesse de la dislocation et elle tend évidemment à la ralentir.

Aux températures où les atomes de soluté sont assez mobiles pour suivre les dislocations, cette approche est tout à fait applicable au vieillissement dynamique. Si les dislocations sont freinées, une contrainte supérieure est nécessaire pour annuler la force de freinage et maintenir ainsi la vitesse de déformation imposée. Cette contrainte augmente jusqu'au moment où la dislocation est transitoirement libérée : la contrainte chute alors brutalement provoquant une hachure sur la courbe de traction. Cependant la dislocation est ensuite repiègée par une atmosphère voisine et le processus recommence. Selon ce modèle, la déformation plastique est continue à basse température parce que la vitesse de diffusion des atomes de soluté n'est pas assez grande pour que les atmosphères se créent et ancrent les dislocations. Elle l'est également à haute température parce que la vitesse de diffusion est alors plus élevée que la vitesse des dislocations et qu'aucune force de freinage ne peut se manifester : on peut alors supposer que le nuage d'impuretés reste dans une configuration d'équilibre autour de la dislocation bien que cette dernière se déplace. On peut également expliquer l'inexistence du phénomène par l'évaporation des atmosphères, l'énergie thermique étant alors supérieure à l'énergie maximum d'interaction soluté - dislocation.

La plupart des études sur le vieillissement dynamique ont été effectuées sur des solutions solides cubiques centrées de type interstitiel ou cubiques à faces centrées de type substitutionnel. Le comportement mécanique de ces dernières offre une particularité qui oblige à complèter les théories précédemment rappelées. En effet, avant que les hachures n'apparaissent, une certaine déformation continue est nécessaire (7) (8) (9) (10) (11), cet allongement critique variant en fonction de la température d'essai.

Pour expliquer ce phénomène, COTTRELL (10), a proposé que l'excès des lacunes (par rapport à la concentration de ces défauts ponctuels à l'équilibre thermique) créées pendant l'écrouissage doit permettre d'accroître le coefficient de diffusion apparent du soluté, de façon que ce dernier forme des atmosphères autour des dislocations. Cette augmentation du coefficient de diffusion semble en effet nécessaire, car la vitesse de migration des atomes de soluté est normalement trop faible, aux températures considérées, pour que l'on puisse justifier (sans cette hypothèse) la formation d'atmosphères. Dans le cas considéré, le phénomène P L C serait donc toujours dû à la formation d'atmosphères autour des dislocations mobiles, provoquant ainsi leur freinage.

Une approche plus explicite du modèle montre qu'il existe une vitesse critique des dislocations pour laquelle la force de freinage est maximum et au-delà de laquelle le phénomène n'est plus visible (COTTRELL et JASWON 1949) (fig. 1). Cette vitesse critique est reliée au coefficient de diffusion par la relation (12) :

$$V_c = \frac{4\,D}{l} = \frac{4\,D\,k\,T}{W_M \cdot b} \qquad \{1\}$$

V_c = vitesse critique des dislocations

D = coefficient de diffusion du soluté

k et T ont leur signification habituelle

l = rayon effectif de l'atmosphère

La relation liant la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ (assimilée à la vitesse de traction), à la vitesse moyenne des dislocations $\overline{V_d}$ s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = \Phi\ \rho_m\ \overline{V_d}\ b$$

$\dot{\varepsilon}$: vitesse de déformation

Φ : facteur géométrique pour les polycristaux : $\Phi \simeq \frac{1}{2}$

ρ_m : densité de dislocations mobiles

$\overline{V_d}$: vitesse moyenne des dislocations

Si la vitesse de déformation devient telle que $\overline{V}_d$ puisse être comparable à V_c on a alors $\dot{\varepsilon} \to \dot{\varepsilon}_c$ telle que :

$$\dot{\varepsilon}_c = \Phi\ \rho_m\ \frac{4\,D\,k\,T}{W_m} \qquad \{2\}$$

D'autre part, le coefficient de diffusion d'un atome s'exprime par la relation :

$$D = a^2\ \nu\ C_1\ Z \exp\left(-\frac{E_m}{kT}\right)$$

a = distance moyenne de saut (prise sensiblement égale au paramètre du cristal)

ν = fréquence de vibration des atomes du réseau

Z = nombre de sauts possibles

C_1 = concentration en lacunes

E_m = énergie de migration d'une lacune dans l'alliage.

En portant la valeur de D dans la relation {2}, il vient :

$$\dot{\varepsilon}_c = \frac{4\ k\ T}{W_m} \quad \rho_m \ a^2\ \nu\ C_1\ Z \exp\left(-\frac{E_m}{kT}\right) \qquad \{3\}$$

Pendant l'écrouissage, la densité des dislocations ne reste pas constante mais croit suivant la loi empirique :

$\Delta\ \rho = N\ .\varepsilon^{\beta}$

où $\Delta\ \rho$ est l'accroissement de la densité totale des dislocations

N et β sont des constantes.

De même, la concentration des lacunes augmente suivant une loi du type :

$\Delta\ C_1 = B\ .\ \varepsilon^m$ où B et m sont des constantes.

Comme ρ et C_1 avant déformation (allongement nul), sont négligeables devant les accroissements $\Delta\ \rho$ et $\Delta\ C_1$ on peut remplacer le terme ρ_m par $\alpha\ \Delta\ \rho$ et C_1 par $\Delta\ C_1$

Par suite, l'équation {3} peut s'écrire (pour $\varepsilon = \varepsilon_c$, ε_c étant la déformation préalable nécessaire au déclenchement des hachures) :

$$\dot{\varepsilon}_c = \frac{4\ \Phi\ k\ T\ a^2\ \nu\ Z\ B\ N\ \alpha}{W_M} \qquad \varepsilon_c^{\,m+\beta} \exp\left(-\frac{E_m}{kT}\right) \qquad \{4\}$$

il est clair que dans cette expression α est donc égal au rapport entre la densité des dislocations mobiles et la densité totale des dislocations existant alors (α est ici supposé indépendant de ε (13), de T et de la contrainte σ).

Finalement on obtient :

$$\varepsilon_c^{\,m+\beta} = \frac{W_M}{4\ \Phi\ k\ T\ a^2\ \nu\ Z\ B\ N\ \alpha} \qquad \dot{\varepsilon}_c \exp\left(\frac{E_m}{kT}\right) \qquad \{5\}$$

De l'expression {5} on déduit aisément que :

- une courbe Log $\dot{\varepsilon}_c$ = f (Log ε_c) permet d'évaluer l'exposant (m + β), la température étant maintenue constante
- une courbe Log ε_c = f ($\frac{1}{T}$) permet de calculer la valeur de l'énergie E_m , la vitesse $\dot{\varepsilon}_c$ étant supposée constante.

De nombreux auteurs ont procédé ainsi, obtenant pour différents alliages les valeurs m + β (14), (Al Mg ; m + β = 1,7 ; Cu Sn = 2,2).

Précédemment, Mac CORMICK (15), a remarqué que ce modèle conduisait, T et $\dot{\varepsilon}$ étant fixés, à des valeurs irréalistes soit de C_1, soit de ρ. Il a suggéré que ce fait provenait de ce que le modèle de COTTRELL ne tenait pas compte de la nature essentiellement discontinue du mouvement des dislocations. En effet, les dislocations sont perpétuellement arrêtées par des obstacles : précipités, autres dislocations, joints de grains etc ...., tandis que leur mouvement est rapide entre ces arrêts. La vitesse moyenne $\bar{V}$ d'une dislocation peut alors être exprimée en fonction d'un temps d'arrêt t_a sur chaque obstacle, et d'un temps t_m mis pour parcourir la distance moyenne L séparant deux obstacles successifs.

Il vient donc : $$\bar{v} = \frac{L}{t_a + t_m} \qquad \{6\}$$

- si le temps d'arrêt de la dislocation est assez long $t_a \geq t_b$ (t_b = temps mis par les atomes pour bloquer la dislocation temporairement arrêtée), la diffusion des atomes de soluté (interstitiels ou substitutionnels) est alors suffisamment rapide pour leur permettre de former une atmosphère autour de la dislocation. Une augmentation de la contrainte sera donc nécessaire pour remobiliser la dislocation, c'est à dire pour l'arracher de son nuage.

- si $t_a < t_b$, la dislocation n'est presque pas ancrée et la déformation se poursuit normalement. Il faut remarquer que ce modèle semble cohérent en ce qui concerne les températures relativement basses où se produit pour autant le vieillissement dynamique. En effet, ici les atmosphères ne circulent pas en conjonction avec les dislocations et il se produit seulement un ancrage statique.

Par contre, lorsque la température augmente, l'activation thermique permet au soluté de diffuser plus vite, donc t_b diminue ; on peut alors imaginer qu'à une certaine température les atomes de soluté puissent accompagner les dislocations lorsqu'elles se déplacent : on retrouve alors le modèle de COTTRELL.

Cependant, une autre difficulté se présente. En effet, le modèle de COTTRELL prévoit que ε_c doit être une fonction décroissante de la température. En effet, la vitesse de diffusion du soluté augmentant avec ce paramètre, il semble logique que l'allongement critique, nécessaire à l'augmentation du coefficient de diffusion (du fait de l'excès des lacunes créées par l'écrouissage), doive diminuer lorsque T augmente. Pour autant, de nombreux chercheurs (15) travaillant notamment sur les alliages Al - Mg, ont vérifié que le paramètre ε_c variait ainsi que prévu en fonction de la température, du moins tant que cette dernière restait inférieure à une valeur critique T_c ; par contre, aux températures supérieures à T_c, ils ont constaté que l'évolution de ε_c devenait inverse (à savoir accroissement de ε_c concomitant d'une augmentation de température) ce qui est en flagrante opposition avec la théorie de COTTRELL.

Les tentatives d'interprétation de ce phénomène (CHARNOCK), sont basées sur le fait qu'aux températures élevées ($T > T_c$) la concentration des lacunes à l'équilibre est suffisamment grande pour que la contribution de ΔC_1 ne soit plus nécessaire au développement du phénomène.

D'autre part, CHARNOCK a supposé que la vitesse de diffusion du soluté devient suffisante à ces températures supérieures à T_c pour que toutes les dislocations soient entourées d'une atmosphère pouvant se mouvoir en même temps qu'elles.

Aux températures inférieures à T_c, CHARNOCK considère que le modèle de Mac CORMICK est satisfaisant. En résumé CHARNOCK suggère que, selon la température, le phénomène P L C est lié à l'intervention de deux mécanismes distincts :

- l'un $T < T_c$ pour lequel il y a ancrage statique et diminution de ε_c avec T croissant,
- l'autre $T > T_c$ pour lequel il y a drainage des atmosphères et augmentation de ε_c avec T croissant.

Cependant, l'origine de la déformation critique ε_c observée n'est pas elle-même bien précisée.

Pour compléter le bref rappel de ces théories faisant intervenir les phénomènes à l'échelle microscopique, il convient d'évoquer les deux manifestations macroscopiques principales du vieillissement dynamique, c'est à dire les différents aspects que peuvent revêtir les hachures sur les courbes contrainte - élongation : en effet, les discontinuités observées évoluent en fonction de la température et de la vitesse de traction.

hachures de type A

hachures de type B

Figure : 3 : Caractérisation des deux types de hachures observées sur les courbes de traction.

- Aux températures relativement basses, où se produit le phénomène, on observe des hachures irrégulières situées de part et d'autre d'une courbe moyenne prolongeant la courbe de consolidation initiale qui est lisse (fig. 3).

- Aux températures plus élevées, et plus précisément au-dessus de T_c, les hachures sont régulières en fréquence et en amplitude et elles sont situées au-dessous de la courbe sus-nommée.

En conclusion, il semble donc que ce phénomène PORTEVIN - LE CHATELIER fasse intervenir deux mécanismes différents, opérant successivement dans l'intervalle des températures où il se manifeste. Si le mécanisme qui se développe aux températures relativement basses semble établi qualitativement, celui qui est observé aux températures plus élevées est encore assez mal interprété, surtout dans le cas des solutions solides cubiques centrées substitutionnelles sur lesquelles fort peu de travaux ont été effectués.

Les modèles visant à interpréter le vieillissement dynamique font toujours intervenir deux paramètres fondamentaux dont les valeurs sont controversées : la concentration des lacunes créées durant l'écrouissage et la densité des dislocations mobiles. Tout nouveau modèle proposé devra donc préalablement tenir compte des valeurs de ces paramètres avant de pouvoir expliquer les mécanismes intervenant dans le P L C.

METHODES EXPERIMENTALES

I - Essais de traction

a) La principale méthode d'investigation utilisée a été l'essai mécanique en traction, qui est une technique éprouvée donnant des résultats très reproductibles, du moins en ce qui concerne les contraintes.

De plus, le phénomène de vieillissement dynamique est particulièrement bien mis en évidence sur les courbes contrainte - élongation résultant d'une sollicitation en traction. Ces courbes ont été enregistrées à partir d'une machine INSTRON (machine dure) type TTCL.

Les vitesses de traction mises en oeuvre ont varié de $1{,}1.10^{-4} s^{-1}$ à $1{,}1.10^{-2} s^{-1}$.

Les températures nécessaires à la mise en évidence du phénomène étaient comprises entre l'ambiante et 600°C. Le système de chauffage de l'éprouvette était constitué :

- d'un four tubulaire à régulation par fil dilatable
- d'un tube en quartz dans l'axe duquel était disposées les deux demi lignes d'amarrage.

Un groupe de pompage permettant de réaliser un vide secondaire (5.10^{-6} torr) était connecté à l'enceinte laboratoire. Ce dispositif a été antérieurement décrit en détail (17).

Les éprouvettes ont été découpées grâce à un outil de forme appropriée dans des tôles de 1 mm d'épaisseur. Leur partie utile avait pour dimensions l = 2 mm x L = 15 mm, ces éprouvettes ont ensuite été recuites de façon à obtenir la taille de grain souhaitée (soit ≈ 100 µ).

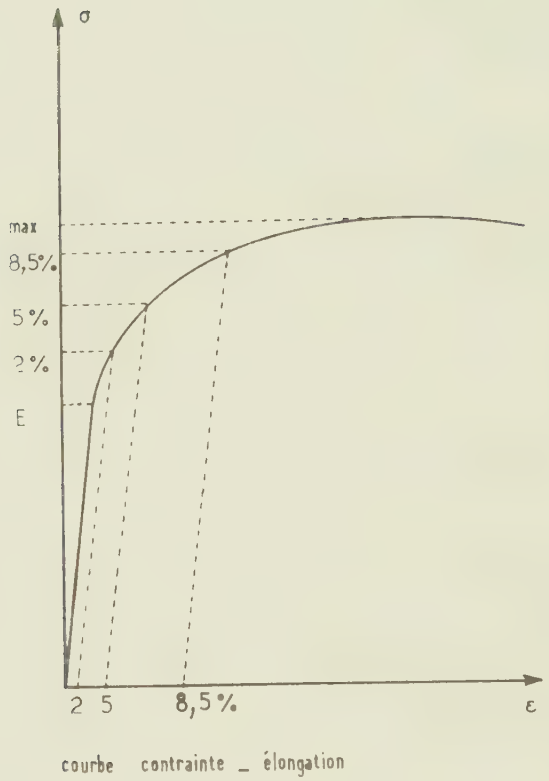


Figure 4 : Paramètres utilisés dans le dépouillement des courbes de traction.

b) Paramètres mesurés

L'exploitation des courbes de traction necessite la détermination de certains paramètres obtenus lors du dépouillement. Nous avons ainsi mesuré sur chaque courbe : (fig. 4)

a) la limite élastique σ_E

b) la contrainte maximum σ_M

c) les contraintes à 2 %, 4 % et 8,5 % d'allongement.

Il faut distinguer ici les valeurs apparentes lues sur la courbe et les valeurs vraies qui tiennent compte de la diminution de section de l'éprouvette.

Dans la suite, toutes les données seront exprimées en valeurs vraies calculées à partir des formules classiques :

$$\begin{cases} \sigma_V = \sigma_A \ (1 + \varepsilon_{AT}) \\ \varepsilon_V = \text{Log} \ (1 + \varepsilon_{AP}) \end{cases}$$

ε_{AT} = allongement apparent total

ε_{AP} = allongement apparent plastique

Nous avons également calculé le taux de consolidation vrai $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_V$ à partir du taux de consolidation apparent $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_A$ représentant la pente de la courbe contrainte - élongation à un allongement donné, sur la courbe expérimentale. La connaissance de $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_V$ à divers allongements nécessite habituellement le tracé des courbes vraies, méthode longue et fastidieuse. Nous avons donc utilisé une méthode purement mathématique ; en effet, on peut écrire :

$$d\ \sigma_V = d\ \sigma_A \ (1 + \varepsilon_{AT}) + \sigma_A \ d\ \varepsilon_{AT}$$

$$d\ \varepsilon_V = \frac{d\ \varepsilon_{AP}}{1 + \varepsilon_{AP}}$$

donc :

$$\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_V = \left(\frac{d\ \sigma_A}{d\ \varepsilon_{AP}}\right) (1 + \varepsilon_{AT})(1 + \varepsilon_{AP}) + \sigma_A \ (1 + \varepsilon_{AP}) \cdot \frac{d\ \varepsilon_{AT}}{d\ \varepsilon_{AP}}$$

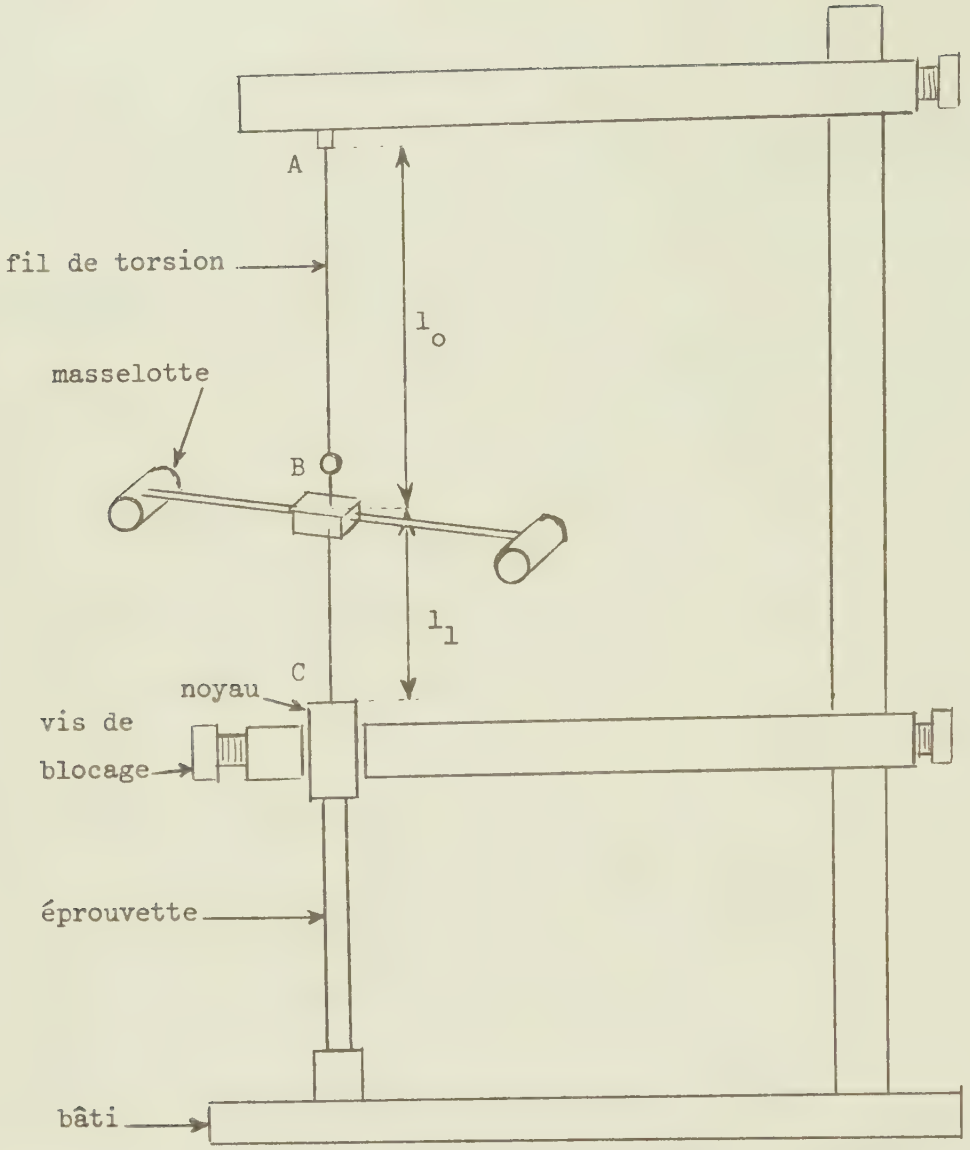


Fig. 5 : schéma de principe du pendule COLLETTE

Pour simplifier cette expression, il suffit de poser

$$\varepsilon_{A_T} \simeq \varepsilon_{A_P}, \quad \text{d'où :} \quad \frac{d\,\varepsilon_{AT}}{d\,\varepsilon_{AP}} = 1$$

Cette approximation est justifiée car l'erreur introduite est parfaitement négligeable devant l'imprécision de la mesure de la pente en un point de la courbe expérimentale.

Nous obtenons donc :

$$\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_V \simeq \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_A \cdot (1 + \varepsilon_{A_P})^2 + \sigma_V$$

en utilisant cette dernière formule $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_V$ a été calculé respectivement pour 2 %, 4 % et 8,5 % d'allongement.

d) L'allongement plastique correspondant à σ_{M_V}, soit : ε_M.
Ce dernier paramètre est moins significatif car peu reproductible.

II - Expériences de frottement interne

Nous avons étudié différents alliages à l'aide d'un pendule de frottement interne du type COLLETTE (18) amélioré de façon à pouvoir chauffer l'éprouvette jusqu'à 600°C.

a) Description de l'appareil (fig. 5)

L'appareil se compose d'un fil de torsion disposé verticalement dont l'extrémité supérieure est fixée à un bâti. En un point situé un peu en-dessous du milieu du fil est attaché un volant portant deux tiges de laiton auxquelles sont fixées, symétriquement par rapport au fil, deux masselottes. Le volant est muni d'un miroir concave qui permet de mesurer l'amplitude des oscillations par la méthode de POGGENDORF.

L'extrémité inférieure du fil est fixée à un noyau portant deux mâchoires entre lesquelles est pincé le bord supérieur de la lame. Ce noyau peut être relié rigidement au bâti par un système de blocage ou être désolidarisé de celui-ci. L'extrémité inférieure de la lame est fixée au bâti ; l'éprouvette a une épaisseur de 0,5 mm, une largeur de 5 mm et une longueur de 50 mm. Le chauffage s'effectue à 300°C/h par un four cylindrique entourant l'éprouvette.
La température est mesurée au moyen d'un thermocouple dont la soudure chaude est implantée à la base de l'éprouvette.

b) Conduite des expériences

On mesure d'abord la période d'oscillation T_o du pendule constitué par la partie supérieure du fil de torsion (l_1) et de la masse oscillante.

La lame étant ensuite mise en place et serrée, on rend le noyau solidaire du bâti, et on mesure la période T_1 et le décrément δ_f des oscillations du fil ainsi pincé à ses deux extrémités.
On désolidarise ensuite le noyau du bâti et on mesure la période T_2 et le décrément $\delta_{(f+l)}$ des oscillations de l'ensemble (fil + lame).
La théorie de l'appareil relie le décrément δ_l des oscillations forcées de la lame aux paramètres précédemment définis, par la formule :

$$\exp(-2\delta_l) = K \exp(-2\delta_{f+l}) - (K-1)\exp(-2\delta_f) \quad (1)$$

avec $K = \dfrac{1}{\left(\dfrac{T_o}{T_2}\right)^2 - 1} + \dfrac{1}{1 - \left(\dfrac{T_1}{T_2}\right)^2}$

On remarque que, dans ces formules, les paramètres géométriques du fil et de la lame n'apparaissent pas explicitement. Ceci permet la détermination de δ_1 (valeur cherchée) à partir de grandeurs facilement mesurables avec une grande précision (décréments logarithmiques et périodes d'oscillations), en évitant d'avoir à effectuer des mesures dimensionnelles toujours entachées d'erreurs.
De plus, dans l'expression finale de exp $(- 2 \delta_1)$ les paramètres géométriques du fil et de la lame s'éliminent. Ceci signifie que le décrément δ_1 ainsi calculé doit être indépendant de la forme de l'éprouvette.

Un développement en série des exponentielles de la formule {1} limité aux trois premiers termes (ce qui est légitime étant donné les faibles valeurs des décréments), conduit à la formule plus simple suivante :

$$\delta_1 = \delta_{1_1} + \left(\delta_{1_1}\right)^2$$

avec $\delta_{1_1} = K \left(\delta_{f+1} - \delta_f\right) + \delta_f$ (approximation du 1° ordre)

K ayant la même valeur que précédemment.
Le dépouillement des données numériques s'effectue à l'aide d'un calculateur.

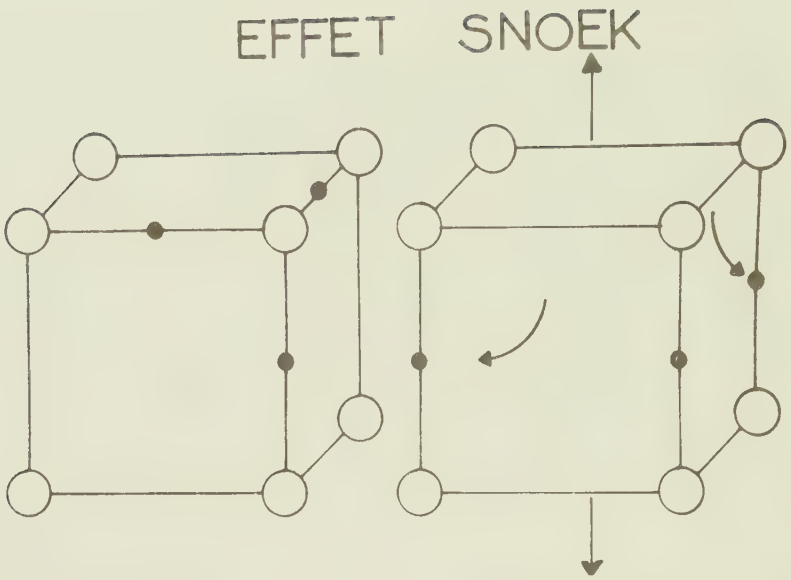


Figure 6 : distorsion introduite dans le réseau cubique par des atomes interstitiels

a) schéma de gauche : insertion nominale

b) schéma de droite : localisation préférentielle des interstitiels

c) Intérêt de telles mesures

Dans un métal de symétrie cubique centrée les pics obtenus sur les courbes décrément logarithmique - température, sont caractéristiques de la présence d'atomes interstitiels dans les solutions solides considérées. Ces pics traduisent ce que l'on désigne communément par le vocable d'"effet SNOEK" (19). L'interprétation classique est fondée sur le fait que les atomes en insertion ont tendance à occuper les sites octaédriques de la maille élémentaire. En effet, lorsque le matériau n'est pas soumis à des contraintes externes, tous les sites octaédriques sont équivalents et les atomes interstitiels sont donc distribués au hasard, mais lorsqu'une contrainte de tension est par exemple appliquée (fig. 6), certains sites sont dilatés par rapport aux autres (sites octaédriques situés sur les axes [001], constituant ainsi des positions d'énergie plus basse pour les atomes en insertion. Ceux-ci vont donc diffuser vers ces sites préférentiels, cette diffusion ne nécessitant qu'un seul saut atomique, est donc rapide. La distribution des interstitiels ainsi obtenue cesse d'être aléatoire.

Lors d'une expérience de frottement interne dans des conditions de sollicitation similaires effectuées à une température donnée, il se produit une résonance entre l'application périodique de la contrainte variable au cristal et les sauts uniques et réversibles des atomes interstitiels : à la température considérée, ces atomes sautent en phase avec les oscillations du pendule. L'énergie nécessaire à chaque saut étant empruntée à l'énergie du pendule, on note donc un amortissement de l'amplitude d'oscillation. Ceci se traduit par un pic

sur les courbes δ_l en fonction de la température.

La température à laquelle apparait le pic dépend :

- de la fréquence d'oscillation imposée
- de l'énergie d'activation caractérisant la diffusion du soluté.

On observe que la hauteur maximale du pic est directement proportionnelle à la teneur initiale en soluté interstitiel libre. Cette loi linéaire n'étant en fait valable que pour des teneurs suffisamment faibles en interstitiels.

Cette relation s'exprime par : $C = \lambda T_P \delta_{l\ max}$

C = concentration atomique du soluté en solution solide

λ = constante

T_P = température à laquelle se produit le pic.

$\delta_{l\ max}$ = décrément logarithmique maximum.

On dispose ainsi d'une méthode de mise en évidence de la présence d'interstitiels libres, voire d'une possibilité de dosage de la teneur en soluté de ce type.

Par ailleurs la hauteur d'un tel pic varie en fonction de l'état d'écrouissage du matériau ; en effet, lors d'une expérience de frottement interne consistant à réchauffer progressivement une éprouvette ainsi écrouie, il peut se produire une ségrégation des atomes en insertion sur les dislocations dans la mesure où ce phénomène précède la recristallisation.

Dans le cas d'alliage ternaire contenant une impureté en position substitutionnelle cette technique met quelquefois en évidence des pics supplémentaires "anormaux" ou "pics d'interaction" résultant d'interactions entre atomes dissous. En effet, (et le raisonnement est ici similaire à celui précédemment exposé pour l'effet SNOEK) si des atomes étrangers en substitution ont une taille différente de celle des atomes

du solvant, ils introduisent des distorsions du réseau qui peuvent favoriser certains sites interstitiels dans leur voisinage. Ces sites constituent, évidemment, des positions préférentielles pour les atomes en insertion. L'application périodique de la contrainte due à l'oscillation du pendule, modifie (comme précédemment) l'énergie des différents sites octaédriques donc en particulier ceux situés au voisinage d'un atome substitutionnel. Il va donc y avoir saut de l'atome interstitiel sur la position voisine ; mais, dans ce cas, les énergies respectives des positions de départ et d'arrivée sont différentes de celles existant en l'absence d'atome substitutionnel : l'énergie d'activation de la diffusion est donc différente et le pic apparait à une température modifiée.

En fait, dans le matériau des atomes interstitiels et substitutionnels ne sont pas nécesairement tous proches et les deux mécanismes successivement évoqués se superposent alors pour donner un pic de SNOEK déformé du moins si les énergies mises en jeu ne sont pas trop différentes ; il faut alors décomposer ce pic global en pics élémentaires si l'on veut connaitre les énergies de relaxation des mécanismes élémentaires.

Ces pics ont déjà été observés dans les alliages Fe Mn N (20) (21), Fe Nb N (22), Fe V N et même Fe Mo N (23) fortement chargé en azote.

La méthode permet donc de mettre en évidence des associations éventuelles entre atomes interstitiels et substitutionnels, problème fondamental pour les alliages nous intéressant ici.

III - Autres techniques utilisées

1°) Rayons X

Quelques expériences de DEBYE-SCHERRER ont été nécessaires pour déterminer la variation du paramètre cristallin en fonction de la teneur en molybdène.

La chambre utilisée était du type STRAUMANIS avec une anticathode de cobalt et un filtre de fer.

2°) Microdureté

Les essais correspondants ont été effectués dans le but de déterminer si un éventuel vieillissement de l'alliage se produisait.

3°) Analyse thermique différentielle

Cette technique a été utilisée dans le but de caractériser d'éventuels phénomènes de précipitation développés au sein des alliages étudiés. Les résultats obtenus n'ont en fait montré aucune précipitation dans l'intervalle des températures comprises entre 25 et 600°C ; nous ne nous étendrons donc pas davantage sur cette méthode.

MATERIAUX UTILISES

Les différents alliages considérés ont été élaborés par frittage de mélanges de poudre de fer "ONIA" et de poudre de molybdène (voir tableau I).

TABLEAU I

Analyse des poudres de métaux utilisés

Fer ONIA	C : 0,05 O_2 : 0,1 N_2 : 0,01
Molybdène Koch-Light Lab. L.T.D.	Fe : 0,005 N : 0,001 C : 0,001 O_2 : 0,02

La technique d'élaboration a été la suivante :
les poudres sont pesées de façon à obtenir la composition visée, puis mélangées deux heures dans un appareillage du type "TURBULA". Elles sont ensuite pressées sous 5 t/cm^2 en matrice flottante pour obtenir des pastilles cylindriques de 2 cm de diamètre et de 1 cm de hauteur. Le frittage est effectué durant 2 heures à 1420°C sous hydrogène sec. Les pastilles frittées ainsi obtenues sont alors

laminées à un taux de 50 %.

Les plaquettes obtenues subissent un deuxième traitement thermique de 2 heures à 1420°C sous hydrogène sec. Un laminage final les transforme en tôle de 1 mm d'épaisseur.

Les éprouvettes de traction ont été découpées à l'aide d'un outil approprié ; pour pouvoir obtenir les échantillons destinés aux essais de frottement interne, un laminage supplémentaire réduisant l'épaisseur des tôles à 0,5 mm a été nécessaire. Après découpe, ces différents échantillons ont subi nn traitement thermique final de recuit à 870°C toujours sous hydrogène sec.

Le temps de maintien a varié de quelques minutes à une demi- heure, de façon à obtenir une taille de grain uniforme de 100 µ, quelle que soit la teneur en soluté.

Les teneurs en molybdène suivantes ont été retenues :

Fe Mo	1 %	en poids	soit	sensiblement	0,6 %	atomique
Fe Mo	3 %	"	"	"	"	1,8 %	"
Fe Mo	5 %	"	"	"	"	3 %	"

La teneur supérieure a été fixée de manière à obtenir un phénomène d'amplitude assez importante sur les courbes contrainte-élongation, tout en évitant la présence d'une autre phase prévue par le diagramme d'équilibre Fe - Mo (en principe Fe_2 Mo).

Le choix de la technique du frittage comme mode d'élaboration présente plusieurs avantages ; il permet de faire varier la teneur de l'alliage très facilement, et l'approvisionnement ne dépend pas de contingences extérieures ; il conduit à des matériaux de pureté très satisfaisante (voir à titre d'exemple le tableau II).

TABLEAU II

Alliages Fe 3 Mo

Mo % at.	Valeurs en ppm		
	C	O_2	N_2
2,82 ± 0,06	15 ± 10	13 ± 3	< 5

Par contre, pour cette étude, en l'absence de travaux antérieurs une incertitude demeurait quant à la qualité des alliages obtenus, notamment en ce qui concerne leur porosité résiduelle. Des mesures de densité n'ont révèlé aucune différence entre la masse volumique des échantillons frittés-laminés et la masse volumique théorique estimée de ces alliages. De plus, les expériences de traction qui suivirent ne montrèrent aucune rupture anormale. Il semble tout de même nécessaire que quelques études complémentaires soient entreprises en ce qui concerne le frittage d'alliages Fe Mo pour confirmer ces observations.

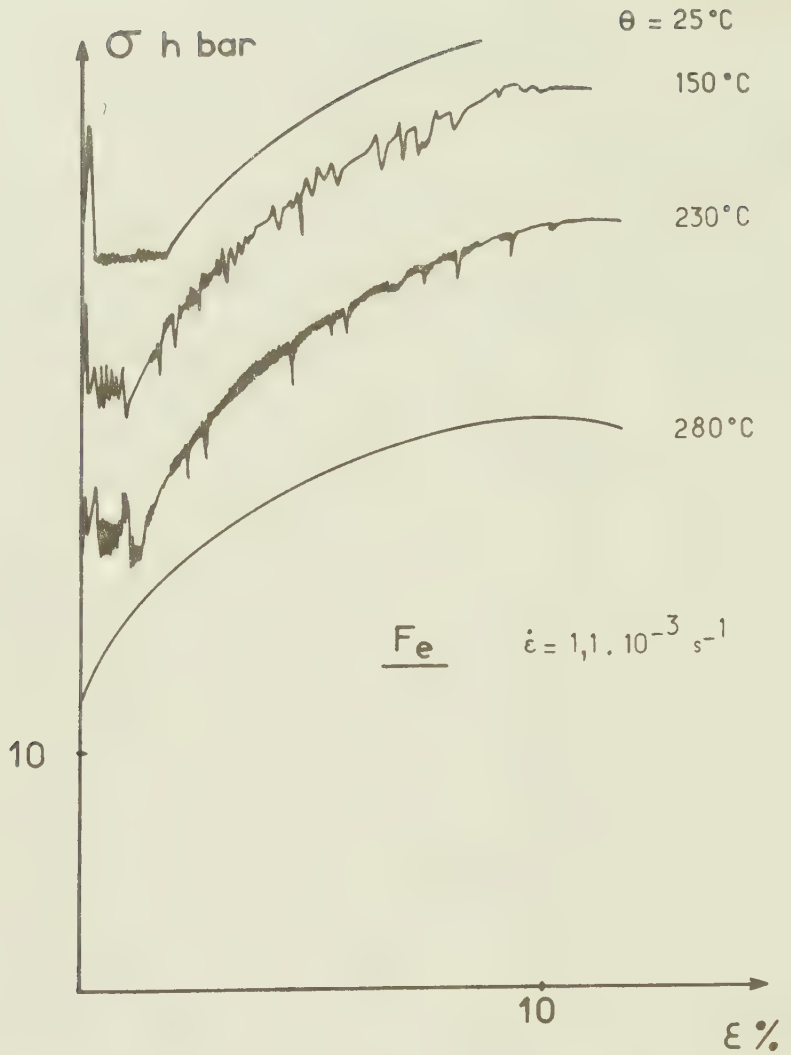


Figure 7 : Courbes obtenues lors des essais de traction à différentes températures pour le fer "pur" de base.

RESULTATS EXPERIMENTAUX

I - Essais de traction :

1°) Fer "pur" de base :

L'examen des courbes de traction (fig. 7) permet de remarquer à température ambiante, l'existence d'un décrochement à la limite élastique, suivi d'un palier de LUDERS, et d'une courbe de consolidation lisse : c'est là l'aspect classique d'une courbe de traction d'un fer contenant des atomes interstitiels.

Les premières hachures apparaissent dans le domaine plastique vers 90°C ; elles se situent immédiatement après le palier de LUDERS. Elles sont très irrégulières, tant en fréquence qu'en amplitude, et elles sont situées de part et d'autre d'une courbe lisse moyenne qui serait l'homologue de la courbe de consolidation lisse observée à 20°C. Il est convenu de les désigner par hachures de types "A". Leur fréquence croit lorsque la température de l'essai augmente.

Par contre, à partir de 200°C les décrochements observés sont systématiquement situés au-dessous d'une courbe lisse moyenne ; de plus leur fréquence est plus régulière que celle des hachures précédentes. De telles hachures sont appelées hachures de type "B" (fig. 3). Toutes ces irrégularités, de type A ou B, voient leur fréquence et leur amplitude diminuer lorsque la déformation croit. Finalement, elles disparaissent peu avant que la contrainte maximum soit atteinte.

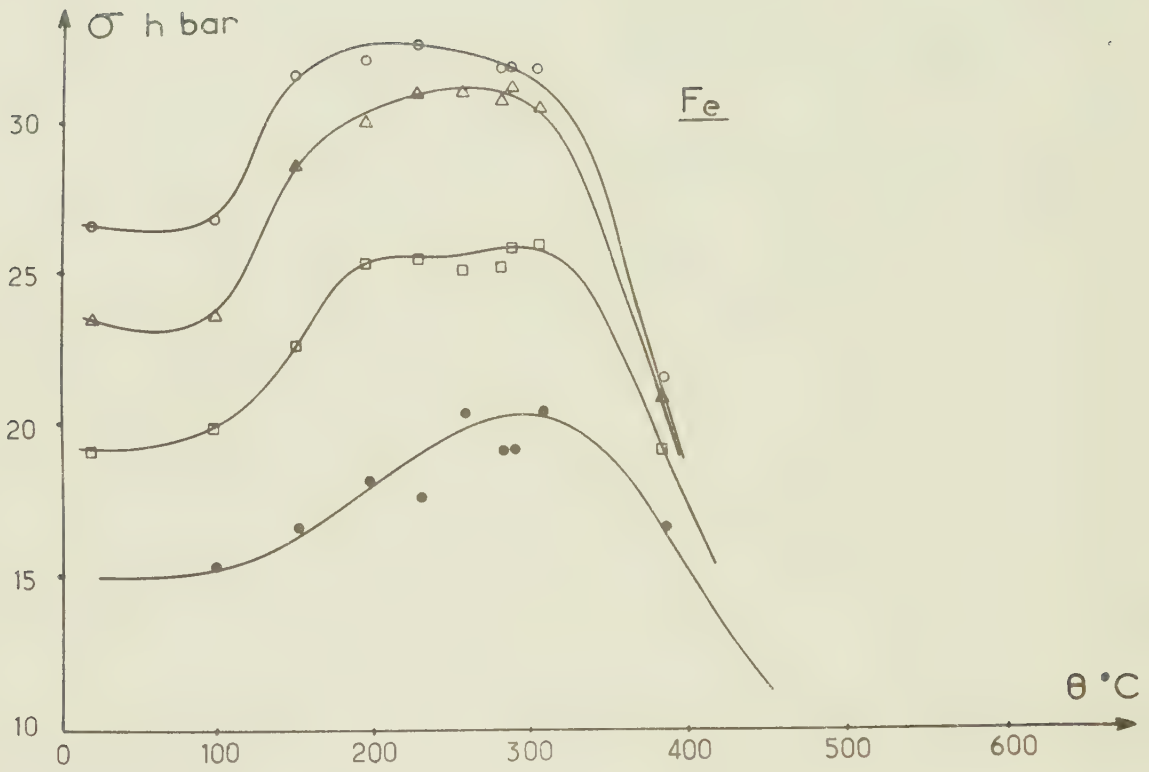


Figure 8 : courbes contrainte à différents allongements en fonction de la température pour le fer

O : contrainte maximum

Δ : contrainte à 8,5 %

□ : contrainte à 5 %

• : contrainte à 2 %

Au delà de 260°C, seules les hachures de type B sont observées ; elles se localisent d'ailleurs seulement sur quelques portions de la courbe expérimentale.
Le phénomène disparait totalement à 280°C, de même que le décrochement à la limite élastique.

L'étude des courbes $(\sigma)_{\varepsilon} = f(T)$ figure 8, fait apparaitre une forte surconsolidation entre 80 et 310°C, domaine qui recoupe assez bien celui de l'existence visible du phénomène d'allongement discontinu (ou phénomène PORTEVIN - LE CHATELIER) (90 - 280°C). on peut toutefois souligner que les courbes donnant la variation de la contrainte d'écoulement avec la température traduisent les effets P L C, un peu avant sa mise en évidence sur les courbes de traction aux basses températures, et un peu après vers les hautes températures.

2°) Fe - 0,3 Mo

Les courbes de traction de cet alliage ne présentent plus trace du phénomène quelle que soit la température de l'essai. Il n'existe pas non plus de décrochement à la limite élastique, même à température ambiante. Ceci tendrait à prouver que les atomes de molybdène correspondant à l'adjonction des 0,3 % at. Mo interagissent avec les interstitiels en solution de façon à les piéger en totalité. Les phénomènes associés à leur présence sont donc supprimés. Nous verrons un mécanisme possible de piègeage dans le chapitre traitant des interprétations.

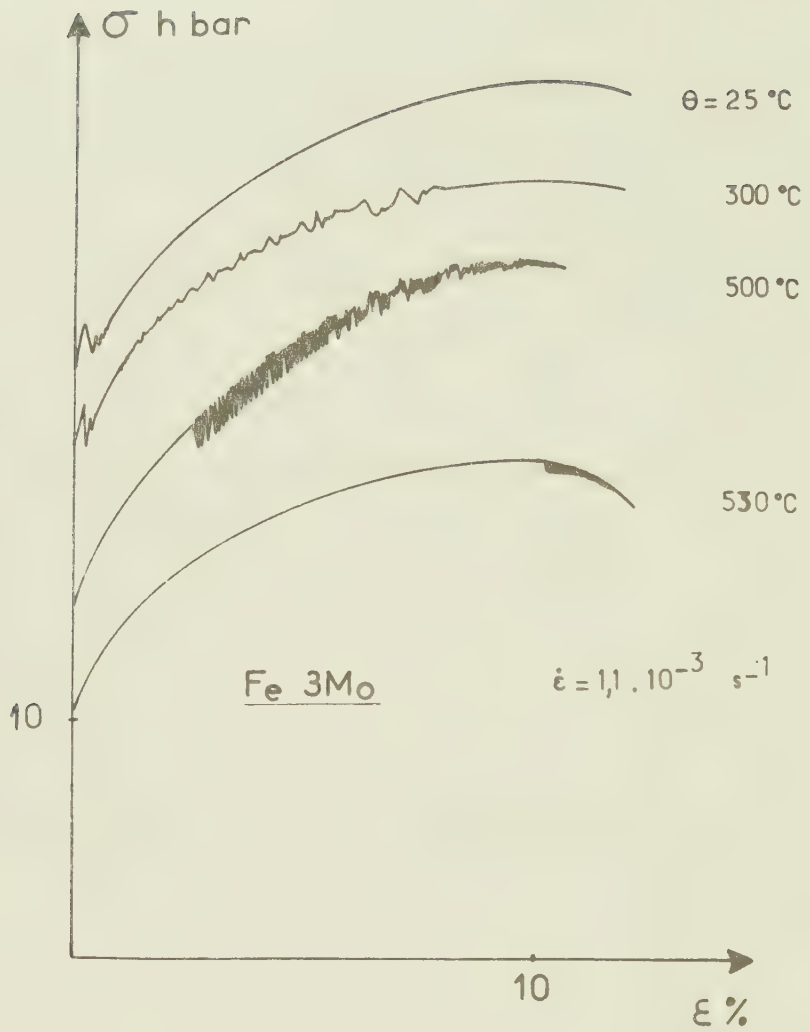


Figure 9 : Courbes obtenues lors des essais de traction à différentes températures pour l'alliage Fe 3 Mo.

3°) Fe - 3 Mo

Les courbes de traction de cet alliage (fig. 9) font ressortir, à température ambiante, un léger décrochement à la limite élastique, qui n'est pas suivi d'un palier.

Dans le cas de cet alliage, des hachures commencent d'être observées dès que la température de l'essai devient égale à 220°C. Ces hachures sont très irrégulières en fréquence et en amplitude, elles apparaissent peu après le décrochement à la limite élastique. D'abord très faible, le phénomène s'accentue assez rapidement avec l'accroissement de la température, du moins jusqu'à 430°C environ. Ces irrégularités présentent de grandes analogies avec celles de type A observées dans le fer "pur", sans toutefois, atteindre leur amplitude.

Il semble ici difficile de parler d'écrouissage critique préliminaire au déclenchement des hachures, contrairement à ce qui a été observé dans le cas des alliages de symétrie C F C (8, 9) (Al Cu Al Mg), où ce stade préliminaire est plus net.

Entre 435 et 440°C le décrochement à la limite élastique disparait ; simultanément la courbe de traction "s'épaissit". Il semble qu'un phénomène de fréquence plus élevée se superpose au précédent. En même temps un écrouissage critique nécessaire à l'apparition des hachures est désormais nettement observé.

Dès 460°C de hachures de type B se déclenchent après cet écrouissage critique qui se révèle être une fonction croissante de la température. Pour autant, il subsiste quelques irrégularités de type A, un peu avant d'atteindre la contrainte maximum. Elles disparaissent totalement à partir de 490°C. Au delà de 525°C la fréquence des

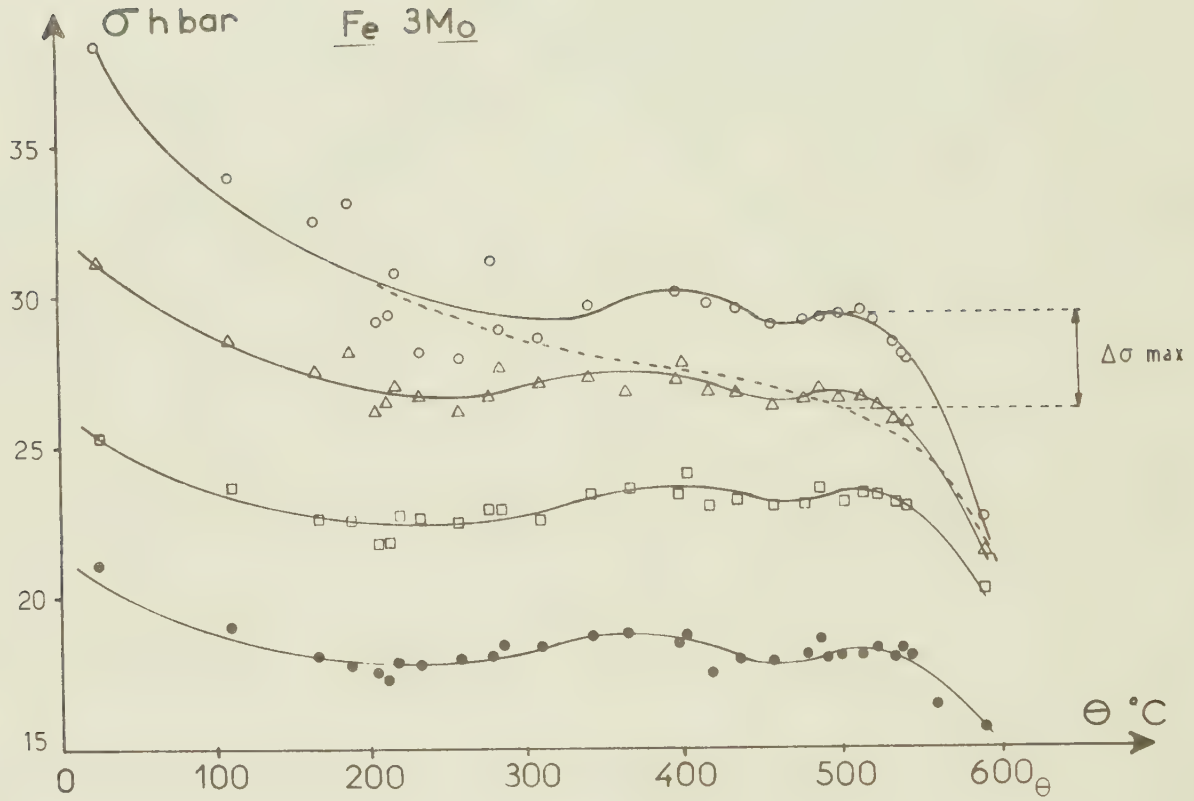


Figure 10 : courbes σ = f (T) à différents allongements pour Fe 3 Mo

O : contrainte maximum

Δ : contrainte à 8,5 %

□ : contrainte à 5 %

• : contrainte à 2 %

hachures de type B diminue et on observe des décrochements isolés. Par contre, à 530°C les hachures de type B n'apparaissent plus que pendant la striction, et ce jusqu'à la rupture de l'éprouvette. A 550°C toute manifestation du phénomène a disparu. Nous avons représenté sur la figure 3 l'aspect schématique des hachures A et B.

Les courbes $(\sigma)_{\dot{\varepsilon}} = f(T)$ (fig. 10) montrent qu'il se produit une surconsolidation (matérialisée par $\Delta \sigma_{max}$) qui accompagne le phénomène entre 240 et 540°C, domaine qui coïncide avec l'apparition des hachures sur les courbes de traction. De même, les courbes $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{\varepsilon} = f(T)$ (fig. 11) montrent l'augmentation du taux de consolidation dans ce même domaine de températures. On peut remarquer sur la courbe $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{2\ \%}$ une bosse à 500°C : en effet le point figuratif de 2 % d'allongement est situé dans le domaine d'existence des hachures pour T < 500°C ; il passe dans le domaine sans anomalie pour T > 500°C : ce fait souligne la chute de la valeur de $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)$ qui se produit dans la partie hachurée.

La courbe $\varepsilon_M = f(T)$ correspondant à la contrainte maximum (fig. 12) ne présente pas les grandes variations qui sont habituellement observées dans le cas de solutions solides de symétrie C C pour lesquelles les interstitiels sont responsables du phénomène (20). Le tableau III regroupe les valeurs des températures d'apparition et de disparition du phénomène pour les différents alliages étudiés.

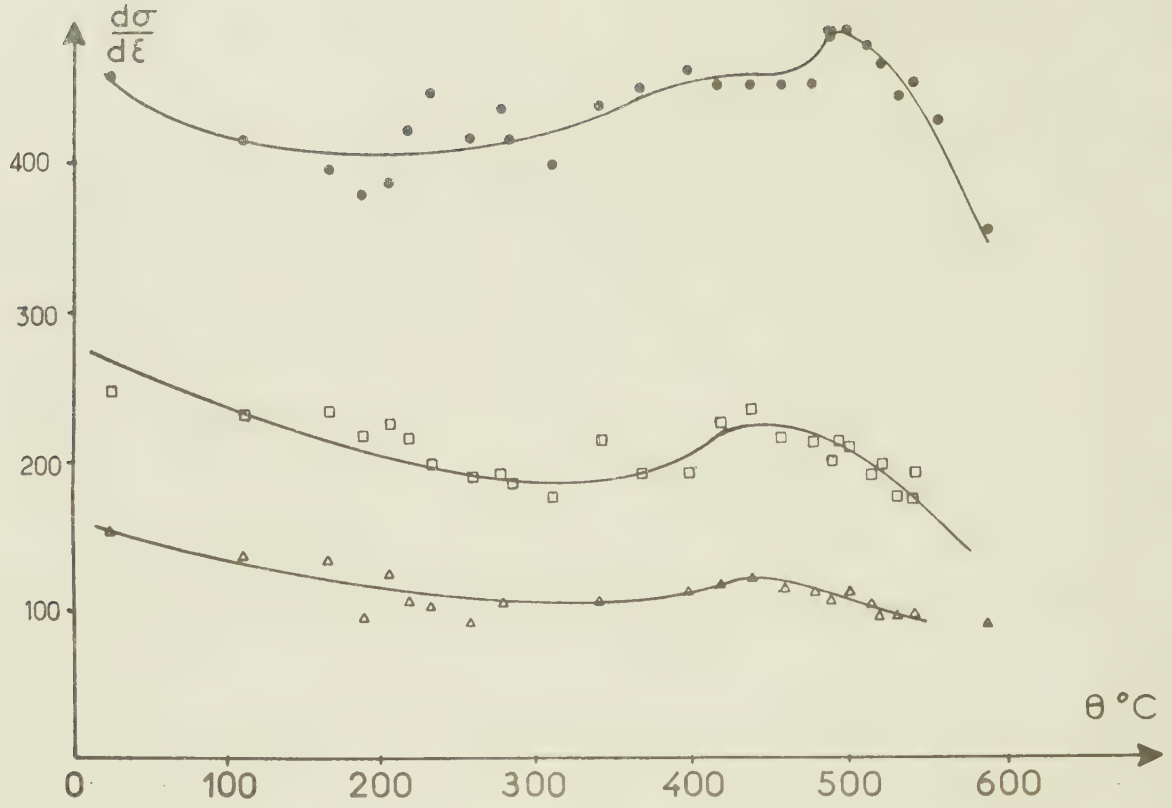


Figure 11 : Courbes $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)_{\varepsilon} = f(T)$ pour Fe 3 Mo, même cadre que pour la figure 10

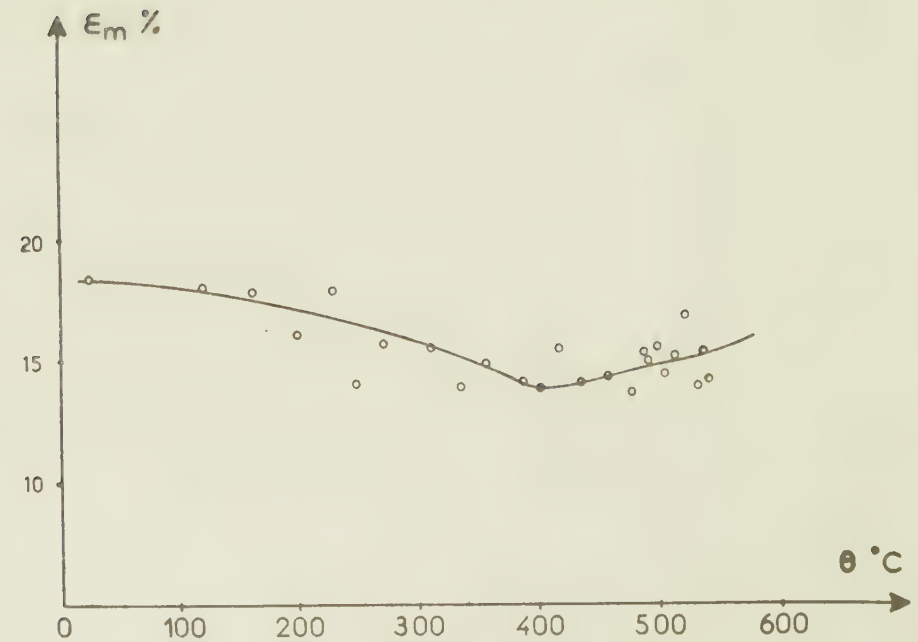


Figure 12 : Courbe allongement à la contrainte maximum en fonction

TABLEAU III

Alliages	Apparition	Disparition
Fe	90°C	280°C
Fe Mo 0,3 %	/	/
Fe Mo 0,6 %	300°C	400°C
Fe Mo 1,8 %	215°C	530°C
Fe Mo 3 %	220°C	540°C

Température d'apparition et disparition du phénomène

PORTEVIN - LE CHATELIER

Vitesse de traction $\dot{\varepsilon} = 1{,}1.10^{-3}\ s.^{-1}$

En conclusion, nous pouvons dire que les expériences de traction sont suffisantes pour mettre en évidence et rendre compte des principaux paramètres qui gouvernent le phénomène PORTEVIN - LE CHATELIER.
Cette méthode étant bien au point l'étude spécifique du vieillissement dynamique des alliages métalliques en traction ne soulève donc pratiquement aucune difficulté expérimentale.

II - Expériences de frottement interne

Ces expériences ont été effectuées avec l'alliage à 3 % at. Mo, la température variant de 20 à 500°C et la fréquence utilisée étant de 1 Hz ; nous n'avons observé aucun pic dans cet intervalle de température. La disparition du pic de SNOEK semble donc confirmer le piègeage quasi total des interstitiels par les atomes de molybdène. On est donc amené à envisager qu'il existe une interaction entre atomes de molybdène et certains interstitiels, et que les énergies de liaison doivent être assez importantes.

En effet, la déformation du réseau qui résulte de la contrainte appliquée par le pendule est apparemment négligeable devant celle qu'entraine la présence des atomes de soluté ; dans le cas contraire, nous aurions dû observer une altération du pic de SNOEK , comme nous l'avons signalé dans le chapitre précédent, à propos des pics "anormaux" constatés dans Fe - Mn - N et Fe - V - N.

Un phénomène semblable (absence du pic de SNOEK est observé dans les solutions solides Fe Ti (24).
Nous pouvons avancer une explication de ces faits sur la base d'une comparaison des tailles respectives des atomes de manganèse ou de vanadium d'une part et de molybdène ou de titane d'autre part. Il apparait que ces derniers atomes sont plus gros (surtout Ti) :

	Fe	Mn	V	Mo	Ti
r $\overset{\circ}{A}$	1,40	1,43	1,52	1,55	1,62

Les déformations qu'ils introduisent sont donc, en première approximation, plus importantes et par conséquent les énergies de liaison soluté-interstitiels (situés dans les sites favorisés) sont plus grandes. La modification de ces énergies résultant des contraintes induites par le pendule, est alors trop faible pour modifier les positions des atomes interstitiels.
Nous analyserons plus en détail ce type d'interaction dans le chapitre suivant consacré aux interprétations.

INTERPRETATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Dans ce chapitre nous essayerons de préciser la nature des mécanismes intervenant au cours du vieillissement dynamique des alliages Fe - Mo (la teneur en molybdène étant considérée à titre d'exemple, comme égale à 2,82 % at.), soit en faisant appel à des hypothèses déjà formulées, (notamment pour les basses températures), soit en proposant de nouvelles hypothèses (hautes températures). Le but de cette analyse est en effet de montrer, si possible quantitativement, que l'on peut concevoir des mécanismes élémentaires permettant d'interpréter les observations à l'échelle macroscopique effectuées essentiellement à la faveur d'expériences de traction. Comme nous l'avons précédemment souligné, il semble que le phénomène P L C se manifeste sous deux formes distinctes lorsque la température varie . Il nous est donc apparu logique de décomposer cette approche théorique en deux parties. Il est bien évident que la frontière les séparant n'est pas très bien définie, le modèle proposé pour les températures inférieures devant conduire progressivement à celui qui intervient aux températures supérieures. Cependant, avant de considérer en détail les mécanismes susceptibles de rendre compte de chacun des deux types de hachures, il est nécessaire de justifier le phénomène de piègeage des interstitiels présents par une quantité minimale de soluté molybdène. C'est pourquoi, le paragraphe qui va suivre sera consacré à cette question.

I - Interaction interstitiel - substitutionnel

Nous avons constaté qu'une teneur de 0,3 % at. de Mo suffisait à supprimer toute trace du phénomène P L C observé avec le fer non allié. De plus, rappelons que la courbe $\varepsilon = f(T)$ obtenue avec l'alliage Fe - 3 Mo étudié, présente une allure très différente de celles obtenues à partir d'autres alliages (faiblement chargés) de structure C C (Nb, Ta par exemple) pour lesquelles l'influence des interstitiels dans le vieillissement dynamique ne saurait être mis en doute. Il apparait donc qu'il existe une interaction entre atomes de Mo et atomes interstitiels : C ou N. Il semble donc que cette interaction conduise à un véritable "piègeage" de ces interstitiels, ce qui doit entraîner la disparition complète du vieillissement dynamique observé dans le fer ainsi que celle du pic de SNOEK.

Il est nécessaire que l'énergie d'interaction E_{S-I} soit supérieure ou égale à celle interstitiel - dislocation, sinon les phénomènes observés dans le cas du fer non allié ne disparaitraient pas.

Nous devons donc avoir : $E_{S-I} > 0,5$ eV

0,5 eV étant la valeur de l'énergie d'interaction atomes de carbone-dislocation observée dans le fer α.

Cette interaction est essentiellement de nature élastique. En effet, en solution solide dans le fer α (C C) les atomes de carbone et d'azote occupent des sites octaédriques. Dans un alliage dilué Fe Mo (C C), les sites octaédriques voisins d'un atome de Mo sont déformés à cause de la taille différente de cet atome par rapport à celle de l'atome de fer. Si l'on tient compte des valeurs respectives des rayons atomiques des atomes de solvant et de soluté calculés selon le formalisme des sphères dures, à

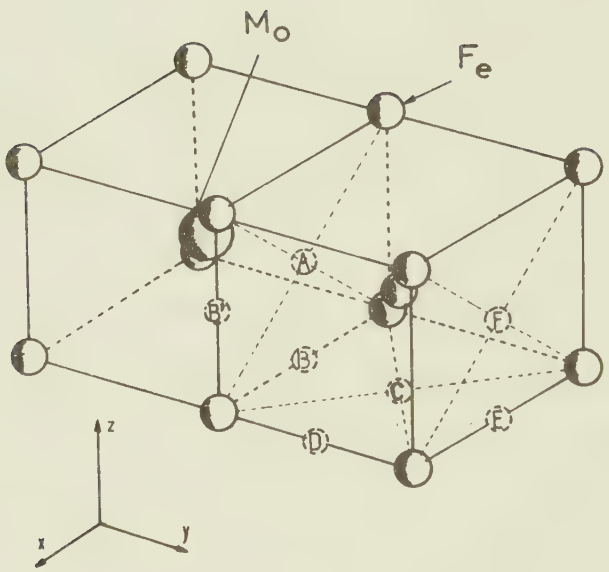


Figure 13 : Mécanisme de piégeage des interstitiels par les atomes de molybdène dans le cristal de fer.

A,B, B', C, D, E et F représentent les sites interstitiels octaédriques dans la maille du fer α.

savoir :

rayon atomique du fer : 1,24 Å

rayon atomique du molybdène : 1,36 Å

Il apparait (fig. 13) que si certains sites octaédriques sont comprimés, d'autres voient au contraire leur volume augmenter. Seule la déformation suivant la plus petite dimension de l'interstice considéré est à prendre en compte. En effet, même dans la structure initiale du fer α la dimension du site interstitiel mesurée selon y ([010]), est inférieure à celle décomptée suivant [110]. La substitution d'un atome de fer par un atome de molybdène au centre de la maille affectera davantage la petite dimension du site octaédrique voisin. Ainsi, par exemple, pour l'interstice A seule la déformation suivant l'axe y est à considérer ; pour B, celle suivant l'axe x et ainsi de suite .....

Connaissant la taille respective des deux sortes d'atomes et en traitant le milieu comme un continuum élastique isotrope, la déformation calculée présente une symétrie sphérique centrée sur l'atome de Mo. Cette déformation est définie par les équations de la théorie de l'élasticité ; les calculs quantitatifs correspondants : sont donnés dans l'annexe I, nous nous contenterons ici de comparer qualitativement les déformations respectives des divers sites octaédriques :

ainsi les sites A, D et F sont comprimés alors que B, B', C et E sont dilatés ; on en conclut finalement que les sites octaédriques B, B', C et E deviennent donc des positions privilégiées (pour les interstitiels) par rapport aux sites moyens du réseau.

II - Mécanisme intervenant aux températures les plus basses : hachures de type A.

Dans ce domaine de température ($220 < \theta < 440°C$), l'étude expérimentale nous a amené à faire les constatations suivantes :

- existence d'un décrochement à la limite élastique
- déclenchement de hachures du type A à partir d'un écrouissage critique assez malaisé à définir avec précision
- développement d'une surconsolidation nettement mise en évidence à partir des courbes $\sigma_v = f(T)$ et $\frac{d\sigma}{d\varepsilon_v} = f(T)$ (fig. 10 et 11).
- un allongement ε_M variant peu dans le domaine des températures considérées (fig. 12) ; à la rigueur on peut penser qu'il existe un faible creux de ductilité vers 400°C.

1°) Hypothèses

Pour interpréter les faits expérimentaux précédemment décrits, deux mécanismes élémentaires semblent probables à priori :

a) soit une diffusion des atomes de molybdène venant ancrer les dislocations mobiles momentanément arrêtées, selon les hypothèses proposées par Mac CORMICK. En effet le paragraphe précédent ayant montré que les interstitiels étaient piégés par une fraction du soluté, seules des interactions entre atomes de soluté et de solvant peuvent être désormais envisagées.

b) soit, un réarrangement d'édifices complexes constitués de molybdène, d'interstitiels et de lacunes, dans le champ de contrainte entourant les dislocations. En quelque sorte il s'agissait là d'un "super effet SNOEK" .
Il est possible d'avoir également un vieillissement dynamique complexe formé par la superposition de ces deux mécanismes.

Deux indices vont nous permettre de réduire à priori, l'éventualité de la seconde hypothèse.
En effet, les courbes de frottement interne montrent la disparition complète du pic de SNOEK . S'il y avait réarrangement des atomes interstitiels voisins d'atomes de soluté, on devrait observer une déformation du pic de SNOEK telle que celle déjà constatée. De plus, aucun des alliages Fe Mo testés ne révèle de vieillissement statique, contrairement à ce que montre le fer non allié.

Nous pouvons donc conclure que les édifices complexes mentionnés ci-avant existent certainement, mais que les différents atomes sont assez fortement liés pour que les contraintes induites, soit par une dislocation, soit par un pendule de frottement interne, n'en altèrent pas la configuration d'équilibre.
Nous allons donc maintenant envisager plus précisément l'application à nos alliages du modèle proposé par Mac CORMICK.

2°) - Utilisation des hypothèses de Mac CORMICK

Ces hypothèses sont basées sur la nature discontinue du mouvement des dislocations mobiles. Il apparait, en effet, qu'aux températures inférieures d'existence du phénomène, les dislocations dites mobiles passent plus de temps arrêtées qu'en mouvement.
Le paradoxe n'est qu'apparent, car il faudrait les nommer plus exactement "potentiellement mobiles", par opposition aux dislocations trop solidement ancrées qui ne participent pas à la déformation.
Ces dislocations mobiles sont donc momentanément arrêtées par des obstacles du réseau (autres dislocations, joint de grain, zones etc...) ; l'activation thermique, ou une réorganisation locale de ce réseau leur permet de franchir ces barrières.
C'est pendant ce temps d'arrêt : t_a, que les atomes de soluté les plus proches, situés dans le champ de contraintes d'une dislocation, vont diffuser et venir l'ancrer, rendant sa remobilisation plus difficile.

Ceci se traduira sur les courbes contrainte-élongation, par une augmentation de la contrainte au-dessus du niveau "normal", puis par une chute de celle-ci lors de l'arrachement de la dislocation de son atmosphère, laquelle demeure fixe.
Tout ceci n'est possible que si le temps mis par les atomes pour diffuser et bloquer la dislocation : t_b, est inférieur au temps d'arrêt de cette dislocation, soit :

$t_b \leq t_a$.

Il nous faut donc maintenant calculer théoriquement t_b pour voir si sa valeur est compatible avec les valeurs de t_a observées sur les courbes de traction. (qui peut être estimé à partir de la demi -période moyenne des hachures).

a) Calcul du temps de blocage : t_b

Dans le modèle de Mac CORMICK, la vitesse moyenne des dislocations s'exprime par :

$$\bar{v} = \frac{\bar{L}}{t_m + t_a}$$ où

$\bar{L}$: libre parcours moyen d'une dislocation
t_m : temps mis pour parcourir $\bar{L}$
t_a : temps passé à l'arrêt

Aux températures considérées Mac CORMICK suppose que $t_m \ll t_a$

nous avons donc : $\bar{v} \simeq \frac{\bar{L}}{t_a}$

La vitesse moyenne s'exprime également en fonction de la vitesse de traction imposée, soit :

$$\bar{v} = \frac{\dot{\varepsilon}}{\Phi \ \rho_m \ b}$$

- $\dot{\varepsilon}$: vitesse de déformation (assimilée à la vitesse de traction)
- Φ : facteur de correction dû au fait que l'échantillon est polycristallin (on pose $\Phi \simeq \frac{1}{2}$)
- ρ : densité des dislocations mobiles
- b : vecteur de BURGERS de ces dislocation

il vient : $t_a \simeq \frac{\bar{L}}{\bar{v}} = \frac{\bar{L} \ \Phi \ \rho_m \ b}{\dot{\varepsilon}}$

De la fréquence des hachures on déduit une valeur de t_a de l'ordre de 0,5 à 1 seconde.

$\Longrightarrow$ si $\Phi = \frac{1}{2}$ $\quad \dot{\varepsilon} = 1{,}1.10^{-3}\ s^{-1}$ $\quad b = 2{,}5.10^{-8}$ cm

$\rho_m \simeq 10^{10} \cdot cm^{-2}$ on obtient : $\bar{L} \simeq 10^{-5}$ cm

Ce qui nous conduit à penser que l'obstacle principal rencontré par une dislocation est la rencontre avec une autre dislocation. La distance moyenne entre deux dislocations est en effet donnée par : $d = (\rho)^{-\frac{1}{2}}$; si nous prenons la valeur raisonnable de $\rho = 10.^{10}\ cm^{-2}$, nous obtenons bien $d = 10^{-5}$ cm. D'autre part, compte tenu de la relation établie ci-avant à savoir $t_b \leq t_a$, nous devrons vérifier ultérieurement que $t_b < 1$ s.

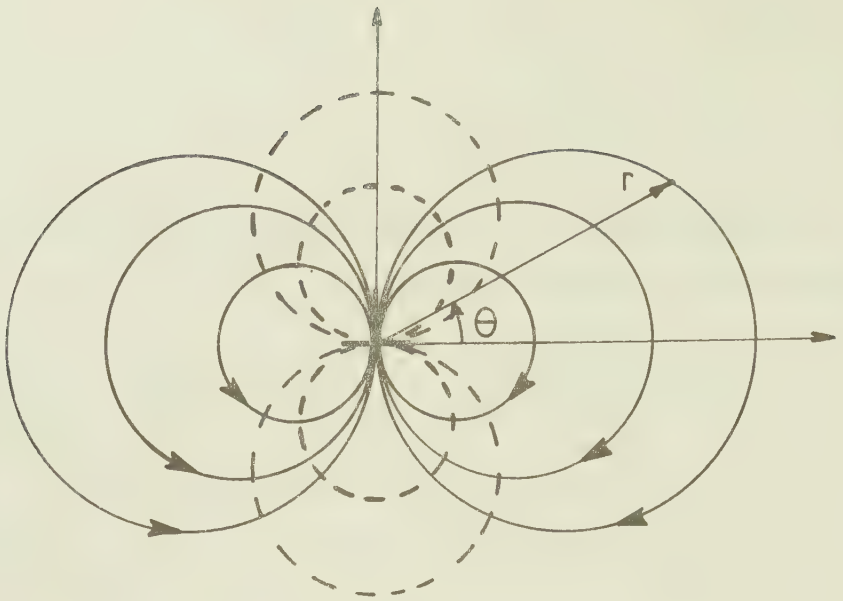


Figure 14 : Champ de contrainte autour d'une dislocation coin

trait plein : lignes de champ

trait pointillé : équipotentielles

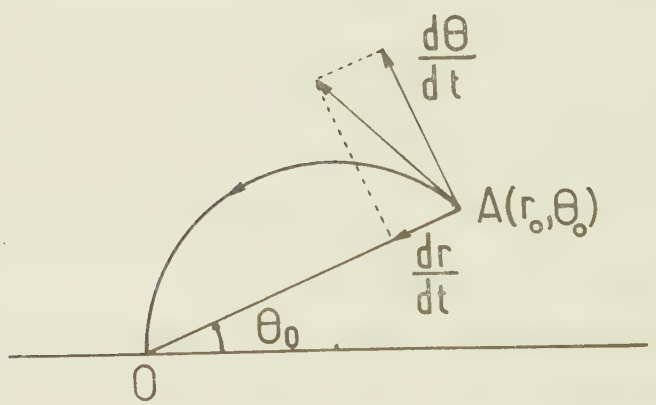


Figure 15 : Chemin suivi par un atome situé initialement en A, pour atteindre le coeur d'une dislocation coin situé en O

Ce temps t_b nécessaire au blocage de la dislocation va dépendre principalement du coefficient de diffusion des atomes de soluté et de l'énergie d'interaction atome-dislocation.
Cette énergie est de la forme : $W = - W_M . b \cdot \frac{\sin \Theta}{r}$

en coordonnées polaires, pour des interactions d'origine élastique, avec des atomes plus gros que ceux du réseau.
Dans cette expression, W_M représente l'énergie d'interaction maximum obtenue pour $r \simeq b$ et $\Theta = 3 . \frac{\Pi}{2}$.
Les lignes de champ et les équipotentielles d'une dislocation coin sont représentées sur la figure 14. Nous allons calculer une expression générale du temps de diffusion d'un atome de soluté de coordonnées initiales r_o, Θ_o, voir figure 15 (à une température donnée). Nous considérons sur la figure $0 < \Theta < \frac{\Pi}{2}$ par soucis de simplification, en fait $\Pi < \Theta < 2\,\Pi$. Sous l'action du champ de la dislocation l'atome va acquérir une vitesse donnée par l'expression d'EINSTEIN

$$\vec{v} = \left(\frac{D}{kT} \right) \cdot \vec{F}$$

D : coefficient de diffusion de l'atome d'impureté au sein de la matrice

F : force appliquée à l'atome

Le champ de force dérivant d'un potentiel on peut écrire :

$$\vec{v} = - \left(\frac{D}{kT} \right) \cdot \overrightarrow{\text{grad } W}$$

$$= - \left(\frac{D}{kT} \right) \cdot \overrightarrow{\text{grad}} \left(W_M \, b \, \frac{\sin \Theta}{r} \right)$$

nous avons donc :

$$\vec{v} \begin{cases} \dfrac{\partial r}{\partial t} = +\left(\dfrac{D}{kT}\right) W_M b \dfrac{\sin\theta}{r^2} \\ r \dfrac{\partial \theta}{\partial t} = -\dfrac{D}{kT} W_M b \cdot \dfrac{\cos\theta}{r} \end{cases}$$

en posant :

$$\frac{D W_M b}{kT} = K \cdot \text{ il vient : } \begin{cases} \dfrac{\partial r}{\partial t} = +K \cdot \dfrac{\sin\theta}{r^2} \\ \dfrac{\partial \theta}{\partial t} = -K \cdot \dfrac{\cos\theta}{r^2} \end{cases}$$

Lors de son mouvement vers le coeur de la dislocation, l'atome de soluté décrit l'arc de cercle $\overset{\frown}{A\ O}$ à la vitesse $\vec{v}$.

Ce mouvement est équivalent, pour l'évaluation du temps imparti, à celui le long de la corde de longueur r_o à la vitesse $\dfrac{\partial r}{\partial t}$.

Le temps mis par l'atome pour atteindre le point O, coeur de la dislocation est donc :

$$dt = +\frac{1}{K}\frac{r^2}{\sin\theta_o} dr, \text{ d'où } t_a = +\frac{1}{K \sin\theta_o}\int_r^0 r^2 dr$$

si t_d désigne ici la durée nécessaire à la diffusion de l'atome de soluté : $\Rightarrow t_d = -\dfrac{1}{K \sin\theta_o} \cdot \dfrac{r^3}{3}$

or, comme l'atome ne peut en fait atteindre la dislocation que par sa partie basse (opposée au demi plan supplémentaire), l'angle θ_o sera en fait négatif et sin θ_o aussi ; donc :

$$t_d = + \frac{k\,T}{3\,D\,W_M b} \cdot \frac{r^3}{\sin \theta_o}$$

Remarque : en fait l'atome ne parvient pas au point O mais à une distance $r = \frac{2\,b}{3}$: distance minimum au coeur (26).

Nous avons donc :

$$t_d = + \frac{1}{3\,K \sin \theta_o} \cdot \left[r^3 - \left(\frac{2\,b}{3} \right)^3 \right]$$

Pour estimer l'ordre de grandeur de r, nous nous contenterons de l'expression simplifiée obtenue précédemment en fonction de r^3, du fait que $r^3 >> \left(\frac{2\,b}{3} \right)^3$.

b) Application aux alliages Fe Mo

Dans le cas de ces alliages, le calcul des temps de blocage apparait assez difficile. En effet, les valeurs de W_M et de D ne sont pas connues ; par suite il est nécessaire au préalable d'estimer l'ordre de grandeur de chacun de ces deux paramètres.

1°) Calcul de W_M : énergie d'interaction maximum entre atome de Mo et une dislocation coin.

Il faut remarquer que cette énergie résulte de plusieurs effets :

- un effet de taille : l'atome étranger est de grosseur différente de celle des atomes de la matrice. S'il est plus gros, il aura tendance à diffuser vers la région où il n'y a pas

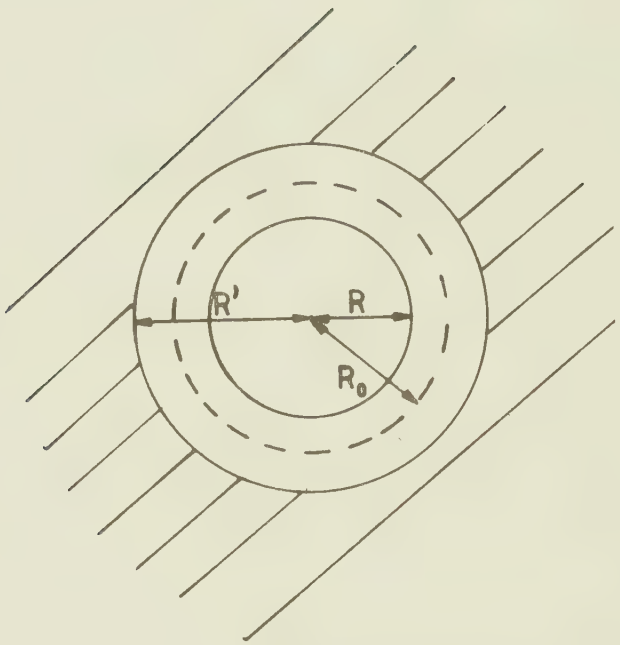


Figure 16 : Inclusion d'une impureté de rayon R' dans un trou de rayon R, au sein d'un milieu élastique continu et isotrope.
Le rayon final est R_o.

de demi-plan supplémentaire car celle-ci est en extension par rapport à la région supérieure contenant le demi-plan : ce faisant, l'atome de soluté aura donc tendance à relaxer les contraintes.

Il n'en est plus de même pour les atomes plus petits ainsi que pour les lacunes.

- un effet lié à la différence entre les constantes élastiques de la matrice de fer et l'atome de molybdène ; l'énergie élastique emmaganisée est alors différente dans l'atome et dans la matrice.

- un effet électrostatique : une dislocation coin modifie l'arrangement des électrons de conduction, formant ainsi un dipôle électrique pouvant interagir avec l'atome étranger.

Nous ne prendrons en compte ici que le premier effet, les autres exerçant en rapport une action négligeable.
Dans le calcul qui suit, l'atome étranger sera considéré comme étant une sphère de rayon R' que l'on introduit dans un trou sphérique de rayon R représentant l'atome initial de solvant que l'on extrait.

Après adaptation de l'ensemble, le rayon final obtenu est R_o (fig. 16).

La matrice et l'atome d'impureté seront traités comme des milieux élastiques,continus et isotropes.

Dans le cas présent, l'atome de Mo est plus gros que l'atome de fer, soit : $R' > R$, ce qui signifie que l'atome de molybdène distend la matrice et que, réciproquement, celle-ci compresse l'atome étranger. Le rayon R_o est donc intermédiaire entre R et R' : $R < R_o < R'$. Le champ des contraintes hydrostatiques résultant de cette opération interagit avec celui d'une dislocation coin. (Une dislocation vis n'ayant pas de composante hydrostatique, un atome d'impureté substitutionnel n'interagit pas avec elle).

La théorie de l'élasticité des milieux continus permet d'exprimer l'énergie d'interaction atome-dislocation :

$$W = - \frac{\mu\, b}{3\,\Pi} \cdot \frac{1+\nu}{1-\nu} \cdot \frac{\sin\,\Theta}{r} \mid \Delta v_a \mid \qquad (25)$$

μ : module de cisaillement

ν : coefficient de POISSON

Δv_a : différence de volume résultant de l'introduction d'un atome de soluté dans le réseau de la matrice.

La valeur de W_M correspond au cas où $r = \frac{2\,b}{3}$ et $\Theta = \frac{3\,\Pi}{2}$

d'où $W_M = + \frac{1}{2\,\Pi} \quad \frac{1+\nu}{1-\nu} \quad \mu \cdot \mid \Delta v_a \mid$

Nous avons calculé Δv_a à partir de la variation du paramètre cristallin en fonction de la concentration en atomes de Mo ; dans ces conditions, selon ESHELBY 1954, on peut écrire :

$$\frac{\Delta v_a}{3 v} = \frac{1}{a} \frac{d a}{d c}$$

v : volume atomique du solvant

d'où : $| \Delta v_a | = \frac{3 v}{a} \frac{d a}{d c}$

a : paramètre cristallin du réseau de la matrice

il convient donc d'évaluer : $\frac{d a}{d c}$

La courbe a = f (C) a été déterminée par des expériences de rayons X du type DEBYE-SCHERRER ; le graphe obtenu est une droite dans l'intervalle 0 - 3,6 % at. de Mo, dont la pente est égale à : $\frac{d a}{d c} = 1{,}817.10^{-9}$ cm. at^{-1}.cm^{3}

ce qui conduit, avec les valeurs suivantes des autres paramètres :

$\nu = 0{,}29$ $\mu = 8{,}3.10^{11}$ dynes.cm^{-2} à $\boxed{W_M \simeq 0{,}33 \text{ eV}}$

En comparant avec d'autres alliages mieux connus, nous pouvons dire que la valeur trouvée est peut-être un peu forte, voir tableau IV. Mais, en l'absence de tout autre donnée concernant cette valeur, notre calcul nous fournit la seule base possible pour poursuivre.

REMARQUE

Les variations de W_M avec la température seront négligées par la suite.

TABLEAU IV

	Valeurs mesurées	Valeurs calculées
Al - Cu	0,3 eV	0,35
Al - Mg	0,2 à 0,27	0,28
Al - Ge	0,17	0,21

2°) Calcul du coefficient de diffusion des atomes de Mo dans le fer α ; détermination de C_L

Le coefficient de diffusion d'un atome substitutionnel peut s'écrire sous la forme :

$$D = \nu_o \; a^2 \; C_L \; Z \; \exp - \frac{E_m}{kT}$$

avec ν_o : fréquence de DEBYE (vibration du réseau)

a : la distance de saut assimilée au paramètre cristallin

C_L : concentration de lacunes

Z : nombre de sauts possibles(lié à la coordinence du matériau)

E_m : énergie de migration des lacunes dans l'alliage

Pour le calcul de D il est donc impératif de connaître aussi bien la valeur de E_m que celle de C_L.

a) Pour E_m devons nous prendre la valeur correspondant au cas du fer pur non alliée ? En fait, il est prévisible que la présence d'atomes étrangers dans le cristal, introduisant notamment des contraintes internes, modifie les énergies de saut en favorisant l'occupation de certains sites, voisins des atomes de soluté, par des lacunes. Il s'ensuivra donc une modification de E_m. Nous pouvons alors écrire :

$$E_m \text{ (all)} = E_m \text{ (solvant)} + B$$

Deux effets principaux vont se manifester :

- un effet de taille
- un effet électronique (chimique)

Comme nous l'avons déjà vu, l'atome de molybdène est plus gros que celui du fer. La région voisine d'un tel atome est donc en compression hydrostatique. La présence d'une lacune dans cette région semble donc favorable à la relaxation des contraintes. Suivant ce raisonnement, l'existence de paires (lacune - atome de Mo) est envisageable, d'où une modification de E_m, soit : $B \neq 0$.

Il faudrait également tenir compte d'un éventuel effet chimique, c'est à dire de l'aptitude du Mo à former des liaisons ; faute de données suffisantes nous n'avons pas approfondi cette éventualité.

De même, en l'absence de renseignements et de résultats expérimentaux il nous est apparu impossible d'évaluer l'incidence de l'effet de taille sur la valeur correcte de E_m. Nous avons donc dû nous contenter de la valeur, d'ailleurs assez mal connue, déterminée dans le cas du fer pur ; pour autant cette approximation semble raisonnable du fait que les alliages considérés sont dilués. Les valeurs de $(E_m)_{Fe}$ trouvées dans la littérature varient considérablement : de 0,75 eV à 1,2 eV.

Nous avons pris une valeur intermédiaire qui nous a semblé la plus probable, soit : $E_m = 0,8$ eV.

b) Il nous reste maintenant à déterminer C_L, un des paramètres fondamentaux du phénomène, comme nous l'avons souligné dans l'introduction.

Il est bien établi que, durant l'écrouissage d'un métal, il y a création de lacunes, du fait de la formation de crans sur les dislocations.La loi d'accroissement empirique qui a été proposée est la suivante :

$$\Delta C_L \simeq C_L = B \ \varepsilon^m$$

(la concentration des lacunes à l'équilibre thermique étant alors négligeable devant celle des lacunes engendrées par l'écrouissage). Pratiquement, dans le cas du fer m est voisin de 1, ce qui donnerait donc :

$$C_L = B \cdot \varepsilon$$

Cependant, certains auteurs (CHARNOCK 16), estiment qu'aux températures où intervient le vieillissement dynamique la concentration des lacunes résultant de l'écrouissage est en fait voisine de celles créées par activation thermique en raison de la mobilité des lacunes et de leur élimination rapide sur les différents types de puits (dislocations en particulier). Pour vérifier cette hypothèse, nous avons effectué une expérience de recuit des lacunes pendant un essai de traction réalisé à la température de 495°C ; le choix de cette température est en fait lié à certains aspects des phénomènes observés sur les courbes effort-déformation : l'apparition des hachures est alors précédée d'une déformation plastique homogène : l'écrouissage critique ε_c correspondant étant parfois considéré comme nécessaire

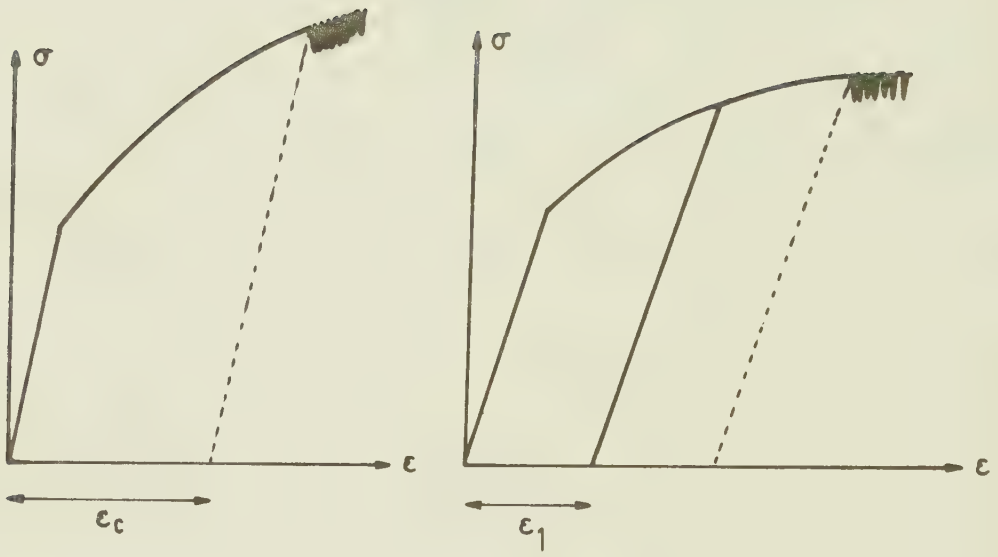


Figure 17 : Expérience de recuit des lacunes

au déclenchement des hachures ; à la faveur de la création de lacunes au cours de ce stade préliminaire de déformation le coefficient de diffusion du soluté augmenterait jusqu'à atteindre une valeur suffisante pour permettre au vieillissement dynamique de s'opérer.

Si l'écrouissage est interrompu pour un allongement $\varepsilon_1 < \varepsilon_{critique}$ et que l'on attende l'éventuelle élimination des lacunes en sursaturation, on ne devrait observer lors de la reprise de l'expérience, l'apparition des hachures que pour un écrouissage $(\varepsilon_1 + \varepsilon_c)$; or, l'expérience montre que les hachures commencent toujours à se manifester pour $\varepsilon = \varepsilon_c$ (fig. 17).

Ce résultat conduit donc à penser :

- ou bien que $C_L \simeq C_L^{Th}$ avec C_L^{Th} : concentration des lacunes à l'équilibre thermique

  C_L : lacunes d'écrouissage $\Psi \varepsilon$

- ou bien qu'il se produit une interaction attractive atome de soluté - lacune (nous avons vu qu'une telle éventualité était possible), supérieure à celle développée entre les lacunes et les dislocations ; dans cette éventualité l'expérience donne le même résultat sans pour autant que $C_L \simeq C_L^{Th}$.

Cette indétermination en ce qui concerne C_L nous a conduit à envisager un calcul plus approfondi pour chiffrer cette valeur. Nous avons utilisé les hypothèses émises par Mme CUILLOT et J. GRILHE (27).

1) Lors de la déformation, deux phénomènes compétitifs interviennent : création de lacunes et leur élimination sur les dislocations dont le nombre varie au cours du temps.

2) A l'instant initial, la concentration des lacunes est celle correspondant à l'équilibre thermique.

Le calcul (donné dans l'annexe II) aboutit à l'expression suivante de la concentration effective des lacunes :

$$C_L = + \exp\left(-\frac{E_f}{kT}\right) + B \dot{\varepsilon} \int_0^t \exp\left[\frac{N \Pi \dot{\varepsilon} A}{m+1} (\tau^{m+1} - t^{m+1})\right] d\tau$$

On remarque que pour les températures basses et les temps courts (faibles allongements) la valeur des deux exponentielles est très voisine de l'unité ce qui permet de retrouver l'expression simplifiée classique :

$$C_L \simeq B \dot{\varepsilon} \int_0^t d\tau$$

Ce n'est que lorsque la température augmente et pour des allongements suffisamment importants que la valeur de C_L doit être corrigée. En effet, la diffusion est alors accélérée et le nombre de dislocations plus grand, ces deux effets facilitant l'élimination.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau V et sur les courbes $C_L = f(T)$ (fig. 18) et $D_{Mo} = f(T)$ (fig. 19) ainsi que le tableau VI .

Ces calculs font apparaître des résultats, à notre avis, fondamentaux : une décroissance de C_L en fonction de l'écrouissage, donc une décroissance du coefficient de diffusion.

En effet, il apparait que, après une notable augmentation de C_L conforme à la loi empirique, l'élimination devient rapidement sensible à partir de $\varepsilon = 1$ % pour les températures supérieures à 300°C, sans pour autant régresser jusqu'à la concentration correspondant à l'équilibre thermique. On remarquera cependant qu'aux très hautes températures (≃ 750°C), qui d'ailleurs ne nous intéressent pas ici, la concentration de lacunes à l'équilibre s'élève notablement : dès lors l'écrouissage ne modifie plus sensiblement cette valeur.

3°) Calcul des distances moyennes de diffusion des atomes de molybdène provoquant le blocage des dislocations-coin.

Nous avons évalué, dans un précédent paragraphe, le temps t_d que met un atome de soluté, situé initialement à une distance r pour atteindre le coeur de la dislocation :

$$t_d = - \frac{k\,T}{3\,D\,W_M\,b} \cdot \frac{r^3}{\sin\,\theta_o}$$

Pour calculer le temps de blocage t_b de la dislocation, nous allons d'abord déterminer le nombre d'atomes de soluté nécesqaires à ce blocage.

T°C	ε % 0	0,55	1,1	2,2	3,3	4,4	5,5	6,6	8,8	11
250	$0,34.10^{-14}$	$0,52.10^{-6}$	$0,96.10^{-6}$	$0,15.10^{-5}$	$0,17.10^{-5}$	$0,17.10^{-5}$	$0,16.10^{-5}$	$0,15.10^{-5}$	$0,13.10^{-5}$	$0,11.10^{-5}$
350	$0,71.10^{-12}$	$0,46.10^{-6}$	$0,68.10^{-6}$	$0,68.10^{-6}$	$0,55.10^{-6}$	$0,46.10^{-6}$	$0,40.10^{-6}$	$0,36.10^{-6}$	$0,31.10^{-6}$	$0,28.10^{-6}$
400	$0,57.10^{-11}$	$0,41.10^{-6}$	$0,51.10^{-6}$	$0,40.10^{-6}$	$0,31.10^{-6}$	$0,27.10^{-6}$	$0,23.10^{-6}$	$0,21.10^{-6}$	$0,18.10^{-6}$	$0,16.10^{-6}$
450	$0,34.10^{-10}$	$0,35.10^{-6}$	$0,36.10^{-6}$	$0,25.10^{-6}$	$0,20.10^{-6}$	$0,17.10^{-6}$	$0,15.10^{-6}$	$0,14.10^{-6}$	$0,12.10^{-6}$	$0,10.10^{-6}$
500	$0,16.10^{-9}$	$0,29.10^{-6}$	$0,25.10^{-6}$	$0,17.10^{-6}$	$0,13.10^{-6}$	$0,11.10^{-6}$	$0,10.10^{-6}$	$0,93.10^{-7}$	$0,80.10^{-7}$	$0,72.10^{-7}$
550	$0,64.10^{-9}$	$0,24.10^{-6}$	$0,18.10^{-6}$	$0,12.10^{-6}$	$0,95.10^{-7}$	$0,82.10^{-7}$	$0,73.10^{-7}$	$0,67.10^{-7}$	$0,58.10^{-7}$	$0,52.10^{-7}$
727	$0,27.10^{-7}$	$0,13.10^{-6}$	$0,95.10^{-7}$	$0,74.10^{-7}$	$0,65.10^{-7}$	$0,60.10^{-7}$	$0,56.10^{-7}$	$0,54.10^{-7}$	$0,50.10^{-7}$	$0,48.10^{-7}$

Valeurs de C_L en fonction de l'écrouissage à différentes températures.

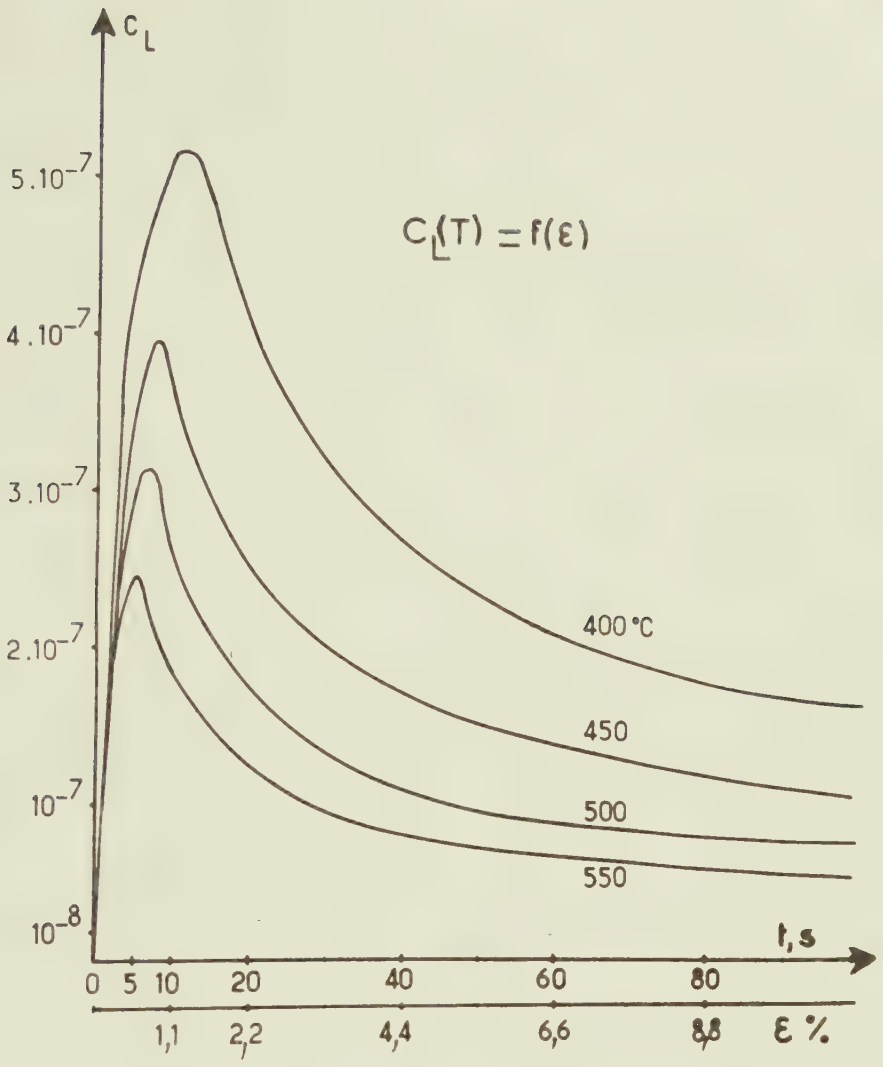


Figure 18 : Courbe : concentration de lacunes en fonction de la déformation, d'après les calculs théoriques.
A $\varepsilon = 0$ C_L est trop petit pour être représenté, il est ici confondu avec l'origine.

TABLEAU VI

T°C	ε % 0	1,1	2,2	3,3	4,4	5,5	6,6	7,7
250	$4,3.10^{-24}$	$1,20.10^{-15}$	$1,88.10^{-15}$	$2,13.10^{-15}$	$2,13.10^{-15}$	2.10^{-15}	$1,88.10^{-15}$	$1,75.10^{-15}$
350	$1,6.10^{-20}$	$1,48.10^{-14}$	$1,48.10^{-14}$	$1,20.10^{-14}$	10^{-14}	$0,87.10^{-14}$	$0,78.10^{-14}$	$0,72.10^{-14}$
400	$3,8.10^{-19}$	$3,38.10^{-14}$	$2,65.10^{-14}$	2.10^{-14}	$1,79.10^{-14}$	$1,52.10^{-14}$	$1,39.10^{-14}$	$1,33.10^{-14}$
450	$5,9.10^{-18}$	$6,21.10^{-14}$	$4,31.10^{-14}$	$3,45.10^{-14}$	$2,93.10^{-14}$	$2,59.10^{-14}$	$2,42.10^{-14}$	$2,24.10^{-14}$
500	$6,3.10^{-17}$	10^{-13}	$0,67.10^{-13}$	$0,51.10^{-13}$	$0,44.10^{-13}$	$0,40.10^{-13}$	$0,37.10^{-13}$	$0,34.10^{-13}$
550	$5,3.10^{-16}$	$1,48.10^{-13}$	$0,98.10^{-13}$	$0,78.10^{-13}$	$0,67.10^{-13}$	$0,60.10^{-13}$	$0,55.10^{-13}$	$0,51.10^{-13}$

Valeurs du coefficient de diffusion du Mo calculé à divers allongements et températures

$D\ (cm^2.\ s^{-1})$

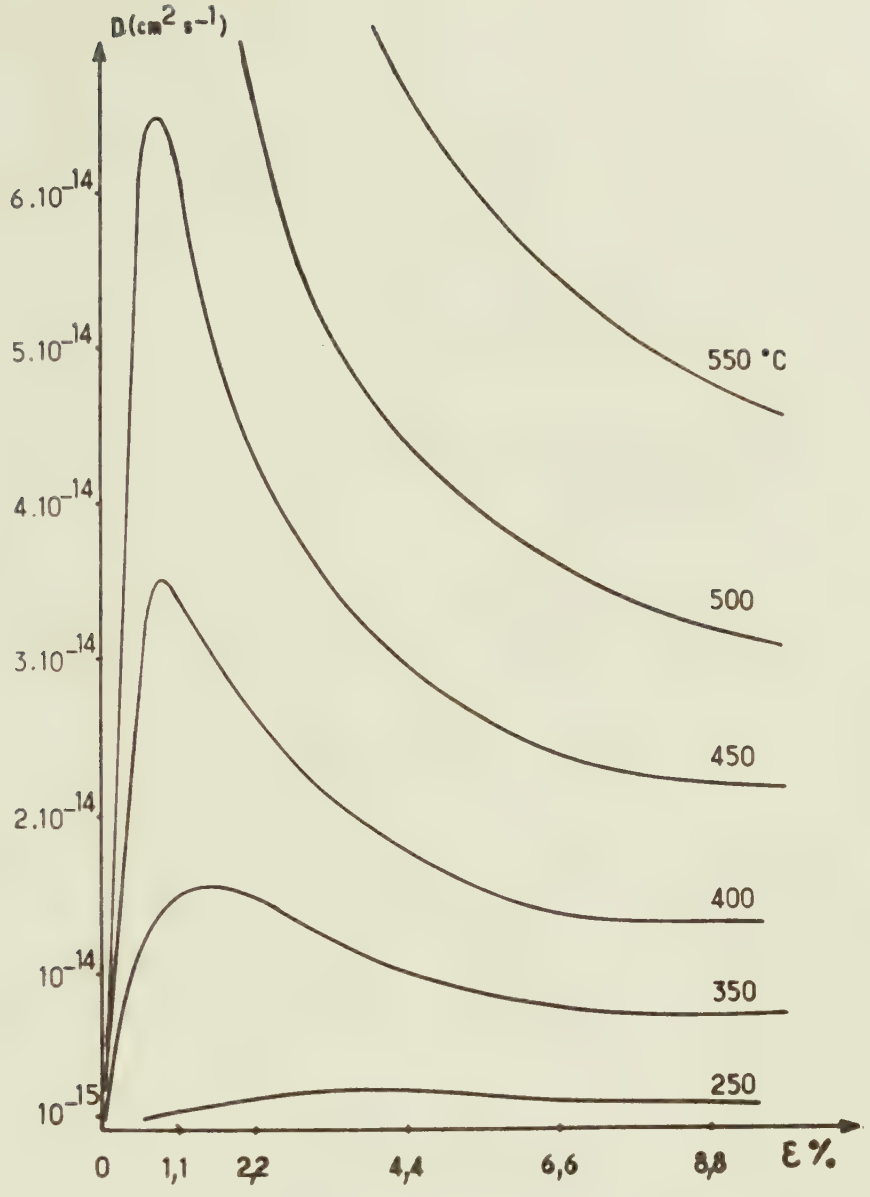


Figure 19 : Valeur du coefficient de diffusion de molybdène dans le fer en fonction de la déformation.

Ensuite nous déterminerons le volume minimum situé au voisinage d'une dislocation et contenant le nombre n d'atomes nécessaires pour bloquer cette dislocation dans le temps t_b. De là, il nous sera facile de retrouver la distance r.

a) Calcul du nombre d'atomes nécessaires à l'ancrage d'une dislocation

La concentration de l'atmosphère est, en principe, donnée par la distribution de BOLTZMANN :

$$C = Co \quad \exp \quad \left(- \frac{W_M}{kT} \right)$$

Mais cette formule ne tient pas compte de l'effet de l'entropie de mélange, ni du gradient de concentration au voisinage de la ligne de dislocation : son application conduit à des résultats incohérents. En conséquence nous avons fait l'hypothèse C = 0,5 pour 200°C < T < 550°C :
la ligne de dislocation est alors bordée d'atomes de molybdène dont l'interdistance est de l'ordre de 2 b en moyenne.
Pour une distance de longueur L = n b , il sera donc nécessaire de ségréger $\frac{n}{2}$ atomes de soluté, soit encore $\frac{L}{2\,b}$ atomes.

b) Il nous faut maintenant déterminer la distance de diffusion conduisant au blocage de la dislocation :

Soit V le volume d'un cylindre dont l'axe est parallèle à la ligne de dislocation et dont la section droite vaut S.
Le nombre d'atomes de molybdène n_{Mo} contenus dans ce volume lui est proportionnel compte tenu du fait qu'il doit aussi être égal à $\frac{L}{2b}$, on en déduit que S doit être proportionnel à $\frac{1}{2b}$.

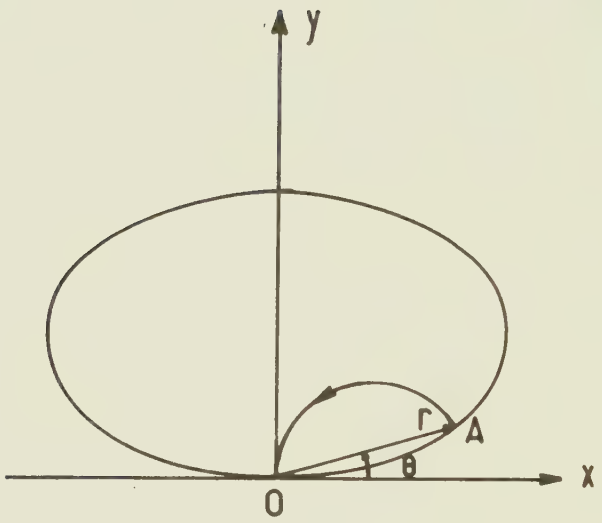


Figure 20 : Courbe isochrone

Tous les atomes d'une même impureté situés sur cette courbe mettent le même temps pour atteindre le coeur de la dislocation en O.

Nous allons maintenant déterminer S. La courbe délimitant S est définie comme étant l'ensemble des points pour lesquels le temps de diffusion jusqu'au coeur est constant, soit

t_d = constante = A.

L'équation de cette courbe, en coordonnées polaires est donnée par :

$$- \frac{k\,T}{3\,D\,W_M\,b} \cdot \frac{r^3}{\sin\theta} = A$$

$$r = \left(- \frac{3\,D\,W_M\,b\,A}{k\,T} \sin\theta \right)^{1/3} = B \sin\theta^{1/3}$$

avec $B = \left(- \frac{3\,D\,W_M\,b\,A}{k\,T} \right)^{1/3} = (- 3\,K\,A)^{1/3}$

L'allure d'une telle courbe est représentée sur la figure 20. Du fait qu'intervient un terme angulaire dans l'expression du potentiel, les courbes isochrones ne sont plus confondues avec les équipotentielles et les courbes, lieux des points à égale distance du coeur, comme c'est par contre le cas si le potentiel est de type Coulombien.

La valeur de la constante B correspond à celle que prend r quand $\theta = \frac{3\,\Pi}{2}$, soit :

$$B = r_{\left(\frac{3\,\Pi}{2}\right)} = r_1$$

D'où l'équation des courbes cherchée :

$$r = r_1 (\sin \theta)^{1/3}$$

Il est maintenant possible de calculer la valeur de S :

$$\frac{S}{2} = \int_0^{r_1 (\sin \theta)^{1/3}} \cdot \int_{\Pi}^{3\frac{\Pi}{2}} r \, d r \, d \theta$$

d'où $$\frac{S}{2} = \frac{1}{2} \int_{\Pi}^{3\frac{\Pi}{2}} r_1^2 (\sin \theta)^{2/3} \, d \theta$$

ou plus simplement pour le calcul

$$S = r_1^2 \int_0^{\frac{\Pi}{2}} (\sin \theta)^{2/3} \, d \theta$$

soit, par intégration numérique $S \# 1{,}120 \, r_1^2$

En tenant compte de la concentration de l'alliage en atomes de soluté : $n_{Mo} = V \cdot C = \frac{L}{2b}$, si C est la concentration en soluté par unité de volume ; donc :

$$S = \frac{1}{2\ b\ C} = 1{,}120\ r_1^{\,2}$$

d'où, comme $C = 2{,}54.10^{21}$ at. cm^{-3}, on obtient

$$r_1 = \left(\frac{1}{2\ b\ C\ 1{,}120}\right)^{1/2} = 8{,}36.10^{-8}\ cm \simeq 2{,}90\ a$$

Nous remarquerons que r_1 est de l'ordre de grandeur du paramètre du réseau ce qui fait surgir des problèmes. En effet, si la distribution des atomes de Molybdène est aléatoire le nombre n_{Mo} d'atomes contenu dans V est bien donné par $n_{Mo} = V \times C$ (dans la mesure ou C, concentration de l'alliage en nombre d'atomes par cm^3 est supposée statiquement homogène). L'approximation faite devient hasardeuse lorsque le volume V est petit : ce qui est précisément le cas ;

puisque $V = S \cdot L = 1{,}12\ r_1^{\,2} \cdot 2 \cdot b = 20\ a^3$

en conséquance, il est clair que ce nombre n_{Mo} doit être considéré comme une moyenne dont l'écart type est important.

C) Influence de la distribution des atomes de soluté

L'alliage étudié ne peut certainement pas être considéré comme très dilué ; il faut donc envisager des interactions entre atomes de soluté, ce qui va modifier la distribution, donc le nombre n_{Mo} d'atomes contenus dans le volume V. Comme ce nombre est limité, un changement de la distribution du soluté peut le faire changer du

simple au double, donc changer r_1 et par conséquent t_b de manière appréciable.

Il faut donc maintenant étudier l'influence de la distribution des atomes d'impuretés dans le réseau sur les temps de saturation des dislocations.

Pour ce faire, nous allons envisager deux cas extrêmes :

- aucune interaction ne se produit entre atomes de soluté ; dès lors, leur distribution ne peut être qu'aléatoire.
- des interactions de nature élastique s'établissent entre atomes de soluté, ce qui conduit à envisager une distribution non aléatoire d'un type ou d'un autre.

1°) Cas de la distribution aléatoire

Nous supposerons ici le milieu continu, homogène et isotrope, nous pouvons considérer que les atomes substitutionnels forment alors "un gaz parfait" évoluant dans un espace constitué par le réseau cristallin c'est à dire en fait une solution solide. Nous allons successivement évaluer la distance moyenne séparant deux atomes de soluté, puis la valeur que l'on peut en déduire en ce qui concerne le paramètre r_1. A partir de ces données, il sera possible d'estimer t_b compte tenu de la relation établie précédemment.

Le calcul correspondant est donné dans l'annexe III.

Nous remarquons que les atomes de Mo sont très proches les uns des autres d'où l'éventualité des intéractions répulsives, dont nous verrons l'influence ultérieurement.

Ce résultat nous permet tout de même de dire que les atomes de molybdène ne sont certainement pas distribués au hasard, à cause de la distance très faible qui les sépare.

Il nous faut maintenant trouver la valeur de r_1 de telle façon que la dislocation puisse être bloquée. D'après nos hypothèses, pour une hauteur 2 b du cylindre, c'est à dire de la dislocation, nous devons avoir 1 at. d'impureté dans ce volume de valeur :

$$V = S \times L = 1{,}120 \cdot r_1^2 \cdot L$$

La probabilité d'un tel évènement est : $P(1) = \frac{C v}{1!} e^{-C v}$

$$P(1) = \frac{C \cdot v}{1!} \exp(-C v) = C \cdot 1{,}120\, r_1^2 L \exp(-1.12\, r_1^2 C L)$$

La valeur de r_1 correspondant au maximum de cette probabilité est donnée par l'équation :

$$\frac{d P(1)}{d v} = 0 \quad \text{soit} \quad C (e^{-C v} - C v e^{-C v}) = 0$$

soit $C \cdot v = 1$

Ce résultat était d'ailleurs prévisible en fonction des hypothèses précédentes, puisqu'il correspond à une distribution aléatoire. On en déduit donc la valeur de r_1 :

$$1{,}120 \cdot r_1^2 \cdot 2\,b\,C = 1 \quad \text{soit} \quad r_1 = \left[\frac{1}{(1{,}120 \cdot 2\,b \cdot C)}\right]^{1/2}$$

ou : $r_1 = 8{,}410^{-8}$ cm $\simeq 3\,a$

Remarquons que la probabilité d'un tel évènement (à savoir qu'un atome soit présent dans un petit volume v défini par $C\,v = 1$) est donnée par

$$P(1) = C \cdot v \cdot e^{-C\,v} = 0{,}37$$ et que l'écart type : $\sqrt{C\,v} = 1$

Ce résultat montre que le raisonnement n'est valable que si la longueur moyenne des dislocations est suffisante.

Finalement le temps de blocage cherché vaut :

$$t_b = \frac{k\,T}{3\,D\,W_M\,b} \cdot r_1^3$$

Pour T = 523 K = 250°C et 2 % d'allongement

$D = 1{,}88.10^{-15}$ cm^2 s^{-1}
$W_M = 0{,}3$ eV
$b = 2{,}5.10^{-8}$ cm

$\Big\}$ $t_b = 0{,}63$ s

Nous constatons que l'hypothèse d'une distribution aléatoire du soluté bien que quelque peu irréaliste conduit tout de même à un résultat raisonnable.

2°) Cas de la distribution ordonnée

Dans ce cas les atomes d'impureté se repoussent et forment donc un réseau. Ce réseau doit satisfaire à deux conditions :

1°) la somme vectorielle des forces exercées sur un atome donné par tous ses voisins doit être nulle.

2°) le réseau obtenu doit occuper tout l'espace. Le réseau cubique simple correspond à ces exigences ; néanmoins rien ne permet de postuler que c'est le seul ; cependant, comme c'est le réseau présentant le plus de symétrie, c'est le plus probable à basse température.

Nous allons calculer le paramètre de ce réseau pour la concentration en soluté molybdène égale à C = 0,03 = $2,54.10^{21}$ at./cm^3

Dans un tel réseau, il y a 1 at. par maille ; donc $2.54.10^{21}$ mailles de volume unitaire A^3 occupent 1 cm^3 ; par suite, le volume d'une maille de paramètre A est donc :

$$\frac{1}{C} = A^3 \text{ , d'où } A = (C)^{-1/3} = 7,333.10^{-8}\text{cm} = 2,56 \text{ a} \simeq 3 \text{ b}$$

Comme les atomes de molybdène sont de nature substitutionnelle ils ne peuvent pas occuper toutes les positions de l'espace, mais seulement les sites du réseau. Seule la moyenne des distances les séparant est de 2,56 a. Nous allons maintenant considérer ce réseau cubique simple fictif de paramètre A.

Imaginons une ligne de dislocation coin parallèle à une arête du réseau cubique simple. Cette dislocation va draîner les atomes de molybdène situés dans son voisinage : en fait, l'espace concerné est le volume envisagé précédemment, de section droite S = 1,120 r_1^2 perpendiculaire à la ligne de dislocation. Le nombre d'atomes de soluté contenus dans ce volume, qui est nécessaire pour

bloquer la dislocation est égal à 1,47 si l'on suppose à nouveau que la concentration de saturation est $C_s = 0,5$ et que l'on considère une longueur A = 2,56 a de cette dislocation.

Le problème est maintenant d'évaluer la valeur à donner à r_1 pour que, en moyenne, le cylindre défini précédemment contienne ces 1,47 atomes de soluté.

Considérons la figure représentant une face (100) du réseau cubique simple des atomes de Mo (fig. 23) : elle met en jeu quatre atomes de Mo. Si une dislocation coin, d'axe perpendiculaire à la figure, se trouve à l'intérieur de ce carré la question est de savoir combien d'atomes de Mo peuvent être draînés, pendant le temps t ? La réponse est obtenue en traçant, à partir du point représentatif du coeur de la dislocation, la courbe isochrone calculée précédemment correspondant au temps, puis de chercher combien d'atomes de molybdène se trouvent à l'intérieur de la surface qu'elle délimite. Inversement, si l'on veut connaitre la région du plan où doit se trouver le coeur de la dislocation pour que cette dernière puisse draîner en un temps t un des atomes de Mo, il suffit de tracer, à partir de cet atome la courbe "symétrique" de la précédente.

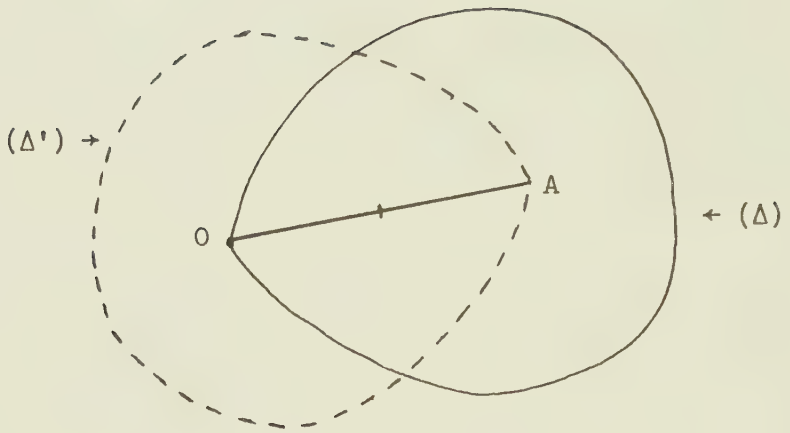


Fig. 21

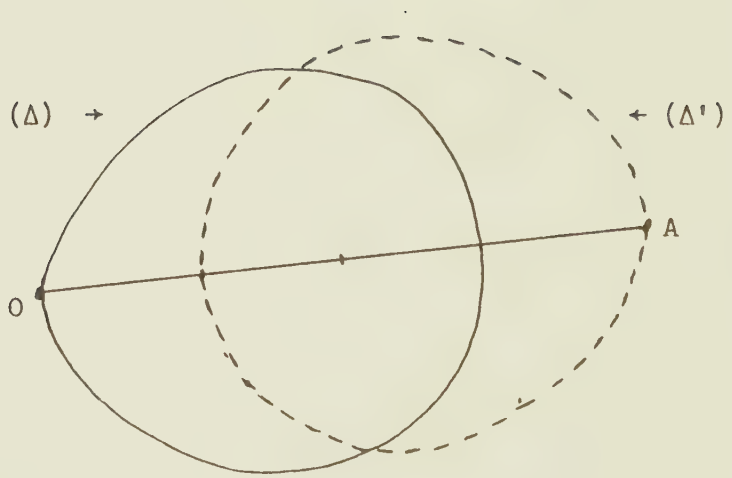


Fig. 22

En effet, et suivant un raisonnement tout à fait général :

Considérons un domaine délimité par une courbe Δ (ici une surface) et un point O sur cette courbe. Pour tout point A situé dans le domaine précédent il existe une courbe Δ' symétrique de Δ déduite de celle-ci par symétrie point, par rapport au milieu du segment O A ; le point O est obligatoirement situé dans le domaine délimité par (Δ'), figure 21.

Inversement, si le point A est extérieur au domaine délimité par (Δ) la courbe (Δ') déduite par symétrie point, délimite une aire qui ne contient pas O, figure 22.

En appliquant cette construction au cas où la courbe (Δ) est l'isochrone issue du coeur de la dislocation et le point A un des atomes de molybdène, on aboutit aux courbes de la figure 23. Ces courbes délimitent trois domaines :

- l'aire (1) correspondant au cas où un seul atome pourra être drainé (que nous appellerons ultérieurement S (1))
- l'aire (2) correspondant au cas où deux atomes seront drainés (soit S (2))
- l'aire (0) au cas où aucun atome n'est susceptible d'atteindre la dislocation. (soit encore S (0))

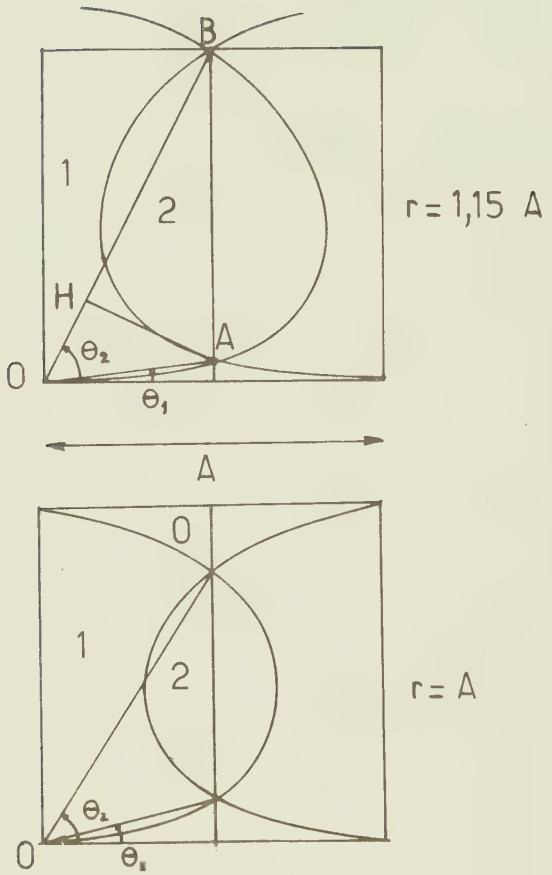


Figure 23 : Surfaces de recouvrement des courbes isochrones dans le cas d'une solution solide parfaitement ordonnée. Les atomes d'impureté forment un réseau cubique simple de paramètre A.

a) r = A

b) r = 1,15 A

Ainsi, toute dislocation drainera 1 atome de soluté si elle traverse l'aire(1), ou 2 atomes si elle traverse l'aire (2) etc....,(ceci pour le temps t).

La probabilité de drainer n_{Mo} atomes de Mo sera donnée par le rapport de la surface S (n), correspondant à n_{Mo} sur la surface totale à considérer A^2 (par raison de symétrie cette aire peut être réduite à $\frac{A^2}{2}$.)

On objectera que la dislocation ne peut pas couper la surface $\frac{A^2}{2}$ en n'importe quel point, son espace d'évolution n'étant pas continu puisqu'elle se déplace dans le réseau du fer.

Mais, vu le grand nombre de configurations possibles du motif des atomes de Mo dans le cristal, c'est la notion de surface qui rend le mieux compte de la réalité.

Ainsi nous devons avoir ;

$$\sum_{i=o}^{n} n_i \; P(i) = n_{Mo}$$

avec : $P(i) = \dfrac{S(i)}{\frac{A^2}{2}} = \dfrac{2\,S(i)}{A^2}$

soit, dans le cas présent : $P(1) + 2\,P(2) = 1,47$

Notre problème se ramène donc au calcul des surfaces S (i).

Ce calcul n'est facilement accessible que dans deux cas :

1°) celui où $r_1 = A$ figure 23 a

2°) celui où $r_1 = 1,15\ A$ figure 23 b

Ce calcul est effectué en annexe IV.

Ce calcul conduit à un temps de blocage de :

$$t_b = 0,74\ s$$

Nous voyons que la distribution des atomes de molybdène influe peu sur le temps de blocage des dislocations.

Nous pouvons donc dire plus généralement que la distribution des atomes de soluté dans un cristal ne doit pas exercer une influence notable sur le temps de blocage des dislocations coin dans l'intervalle de température où se produit le vieillissement dynamique (ceci en faisant la supposition raisonnable que la fonction donnant le temps de blocage en fonction de la distribution est monotone entre les deux distributions extrêmes : aléatoire et ordonnée et que la solution solide est suffisamment peu concentrée).

REMARQUE

En fait, les temps de blocage que nous venons de calculer sont à majorer : en effet, nous n'avons pas tenu compte du gradient de concentration inverse dû à l'accumulation des atomes de Mo, ce gradient de concentration se manifestant par une force dispersive.

Le potentiel n'est donc pas $W = W_M \; b \left(\frac{\sin \Theta}{r}\right)$ mais

$$W = W_M \; b \left(\frac{\sin \Theta}{r}\right) - U(c)$$

Or la fonction U (c) dépend du temps et semble difficile à établir.

Néanmoins, cette correction est certainement assez faible puisque le temps de blocage expérimental est de l'ordre de la seconde et que les calculs précédents ont conduit à des valeurs de l'ordre de 0,6 à 0,75 s.

De ce fait, il nous semble légitime de ne pas la prendre en compte.

4°) Influence de la température sur le temps de blocage t_b

(les calculs suivants ont été effectués pour un allongement de 2 %).

Nous avons antérieurement montré que :

$$t_b = - \frac{k\,T}{3\,D\,W_M\,b} \cdot \frac{r^3}{\sin_o}$$

Nous voyons donc que t_b varie comme $\frac{T}{D}$.

A 2 % d'allongement nous avons obtenu les résultats suivants :

TABLEAU VII

T°C	Distribution aléatoire	ordonnée
250	0,63	0,74
350	0,095	0,112
400	0,058	0,068
450	0,038	0,045
500	0,026	0,031

Ces résultats confirment que l'influence de la distribution du soluté est très faible.

Par ailleurs, nous avons tracé la courbe $t_b = f(T)$ figure 24, qui montre que t_b décroît très rapidement avec T.

5°) Influence de la déformation sur le temps de blocage t_b

Nous avons vu précédemment que t_b varie comme l'inverse de D ; de même nous avons montré que D évolue notablement en fonction de ε ; il est donc clair que t_b doit changer quand la déformation augmente. En portant les différentes valeurs D (ε) dans l'expression de t_b on obtient les résultats suivants, pour les températures de 250°C et de 400°C prises à titre d'exemple.

TABLEAU VIII

250°C		400°C	
t_b (1)	ε %	t_b (1)	ε %
1,06	1,1	0,0 5	1,1
0,68	2,2	0,0 6	2,2
0,60	3,3	0,0 8	3,3
0,64	5,5	0,11	5,5
0,73	7,7	0,12	7,7

Voir courbes figure 25

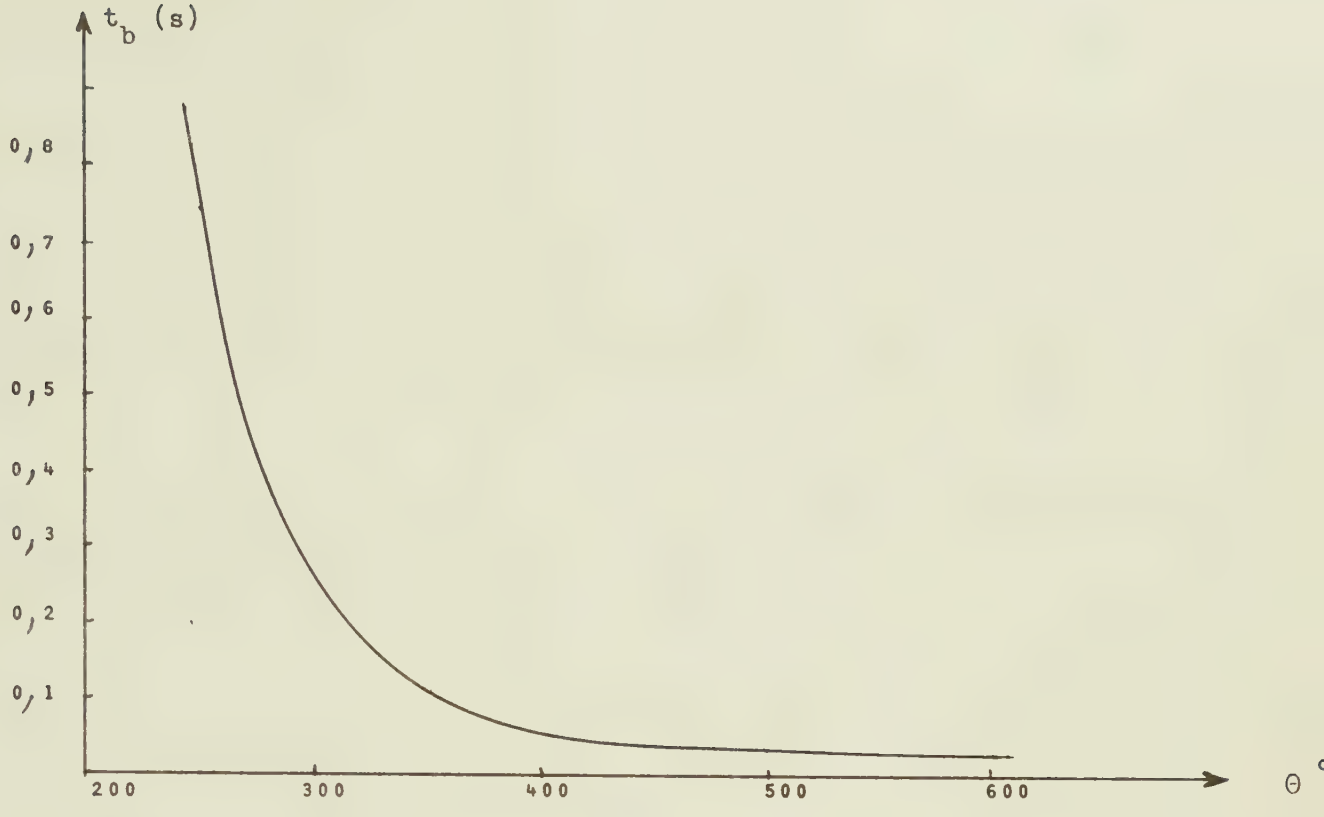


Figure 24 : $t_b = f(T)$

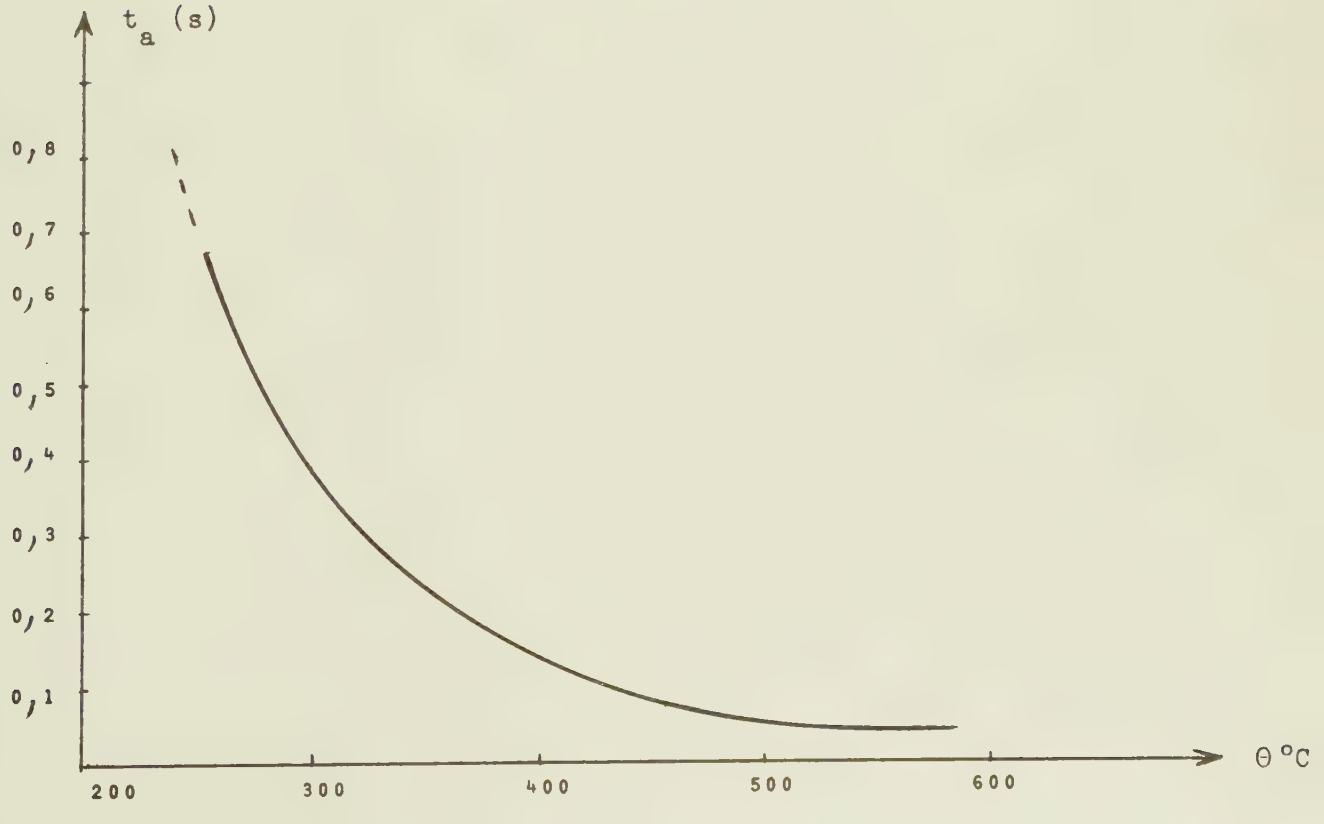


Figure 26 : $t_a = f(T)$

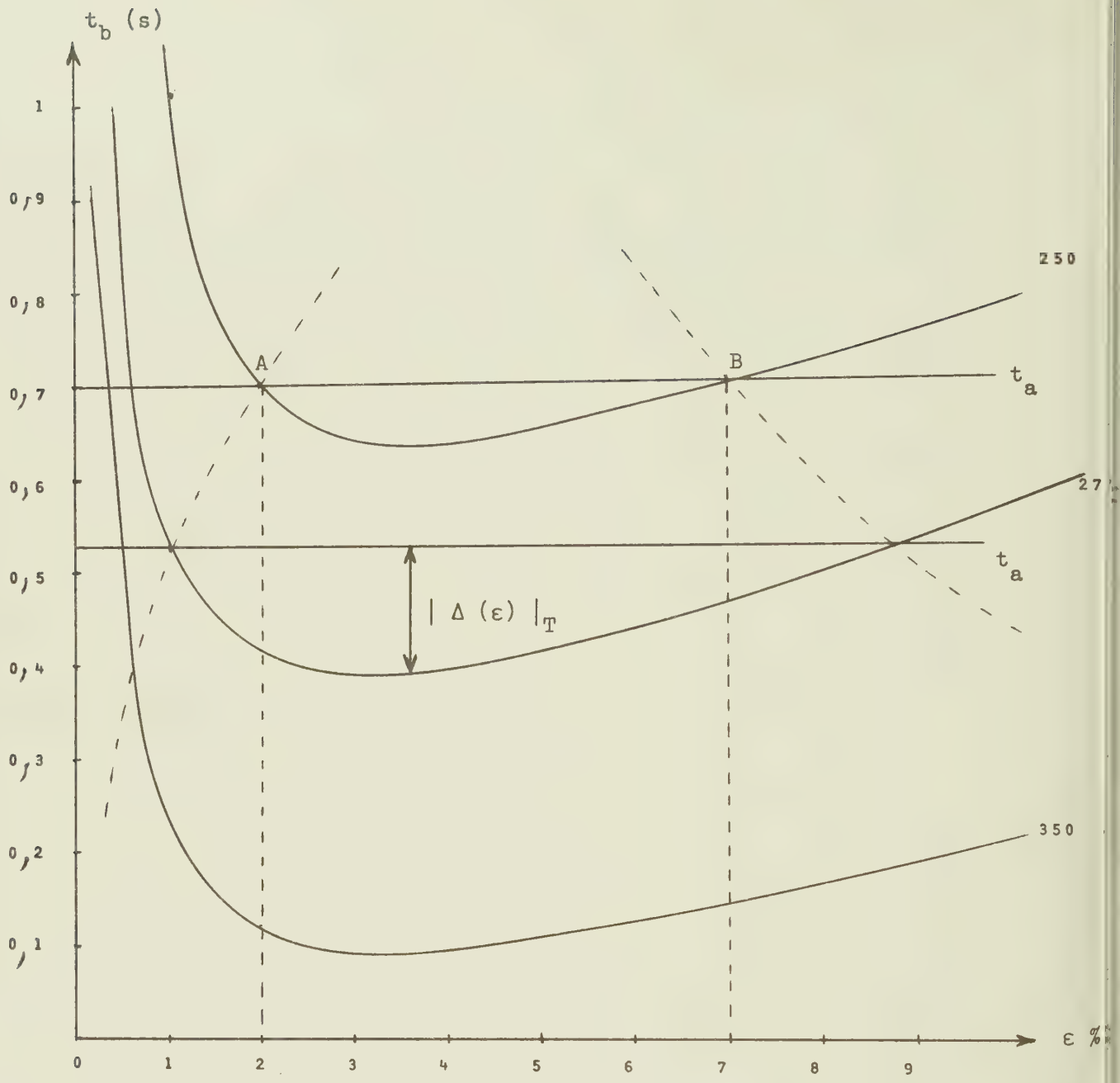

t_b (s)
1
0,9
0,8
0,7
0,6
0,5
0,4
0,3
0,2
0,1
A
B
t_a
t_a
250
27
350
$|\Delta(\varepsilon)|_T$
0
1
2
3
4
5
6
7
8
9
ε %

Figure 25

A température relativement basse (soit ≃ 250°C, seuil de température à partir duquel le phénomène est décelé), t_b commence par diminuer, puis se met à croître à partir de $\varepsilon = 4\ \%$.

Aux températures plus élevées, ce minimum est déplacé vers les faibles déformations : aussi,

à 350°C, t_b croît dès 2,5 % d'allongement.

6°) Calcul de la vitesse de translation des dislocations

Nous avons défini précédemment (§ II - 2) :

$$t_m = \frac{\bar{L}}{\bar{v}} - t_a$$

la vitesse de translation des dislocations s'exprime par :

$$v = \frac{\bar{L}}{t_m} \quad \text{donc} \quad v = \frac{\bar{L}}{\frac{\bar{L}}{\bar{v}} - t_a}$$

on suppose alors que :

a) $\bar{v} = \frac{\dot{\varepsilon}}{\Phi\ \rho_m\ b}$ et que ρ_m ne dépend pas de ε (densité de dislocations mobiles supposées constante pendant la déformation .

En fait, il semble que ρ_m soit légèrement croissant avec ε, mais en l'absence de loi quantitative nous admettrons la constance de ρ_m).

b) $\bar{L} = (\rho)^{-1/2}$ l'obstacle principal pour une dislocation est la rencontre avec les autres dislocations.

c) $\rho = N \varepsilon$

avec ces hypothèses restrictives :

$$v = \frac{(N \varepsilon)^{-1/2}}{\frac{(N \varepsilon)^{-1/2}}{\bar{v}} - t_a}$$

d'où $$v = \frac{1}{\frac{1}{\bar{v}} - t_a (N \varepsilon)^{1/2}}$$

Dans cette expression seul t_a dépend de la température, et est indéterminée.

Nous allons voir que l'effet P L C permet de déterminer t_a donc de calculer v.

Les points, de coordonnées T, ε , où le phénomène P L C apparait ou disparait, se traduisent - aux termes du modèle considéré - par la condition : $t_a = t_b$. Or, t_b est connu, quels que soient T et ε , d'après les calculs précédents. Par contre, la détermination précise de t_a, donc de v, n'est possible qu'en quelques points.

En fait, des constatations expérimentales et théoriques montrent que cette détermination peut être étendue.

Au début du phénomène de 240 à 270°C, les hachures n'apparaissant que sur une portion de la courbe.

Ainsi, à 250°C les hachures débutent à 2 % pour disparaître sensiblement vers 7 %. En ces points :

$$250°C \text{ à } 2\ \%\ t_b = 0{,}7 \quad s = t_a$$

$$250°C \text{ à } 7\ \%\ t_b = 0{,}7 \quad s = t_a$$

On constate que les deux valeurs de t_a trouvées sont sensiblement les mêmes.

Lorsque la température varie de 240 à 270°C, t_a conserve cette même valeur bien que des hachures soient observées dans des domaines de déformation de plus en plus importants.

On est donc amené à conclure que t_a est pratiquement indépendant de ε ce qui est physiquement raisonnable.

En effet, t_a dépend de la probabilité de franchissement de l'obstacle (dislocation), cette probabilité est de la forme : $P = \exp\left(-\frac{E}{k\,T}\right)$

où E est l'énergie de la barrière.

Cette énergie s'exprime en fait par :

$$E = E_o - E\,(\sigma_a - \sigma_i)$$

où E_o est l'énergie totale et $E(\sigma_a - \sigma_i)$ l'énergie fournie par la contrainte appliquée σ_a servant en partie à vaincre la contrainte interne σ_i.

En toute rigueur E dépend de ε . Comme les observations expérimentales montrent que cette dépendance est faible, nous la négligerons.

Nous allons maintenant tenter de déterminer la relation qui peut relier t_a et T. Dans ce qui suit t_a sera considéré en première approximation comme le temps d'arrêt des dislocations en l'absence de vieillissement dynamique. c'est à dire le temps élémentaire au delà duquel un arrachement peut se produire ; dès lors $t_a = \tau \exp\left(\frac{E}{k\,T}\right)$.

On sait que $t_a \to \tau$ lorsque $T \to \infty$

et que $t_a \to \infty$ quand $T \to 0$.

Donc t_a décroît de façon monotone quand T augmente.

Nous savons que si $T = 523$ K, $t_a = 0,7$ s

si $T = 493$ K, $t_a = 1,0$ s

Ceci permet d'évaluer le facteur préexponentiel τ , d'où l'expression de t_a :

$$t_a = 8,68.10^{-4} \exp\left(\frac{0,3}{k\,T}\right)$$

Le graphe de cette fonction est représenté sur la figure 26.

En conséquence, la vitesse de translation des dislocations s'exprime par :

$$v = \left[\frac{1}{\bar{v}} - \tau \exp\left(\frac{E}{kT}\right) (N \varepsilon)^{1/2} \right]^{-1}$$

lorsque $T \to \infty$ $v \to \bar{v}$

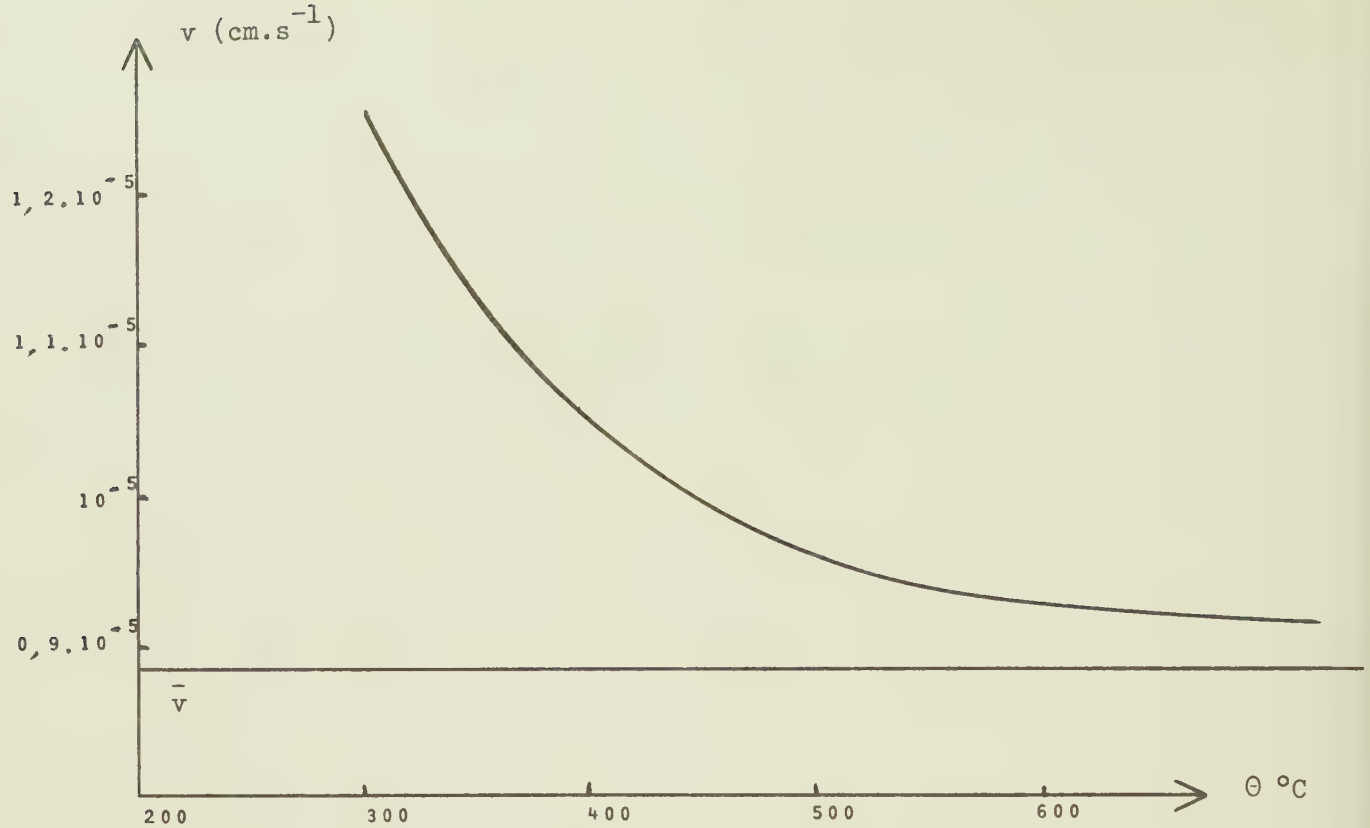


fig. 27 v = f (T) à ε = 3 %

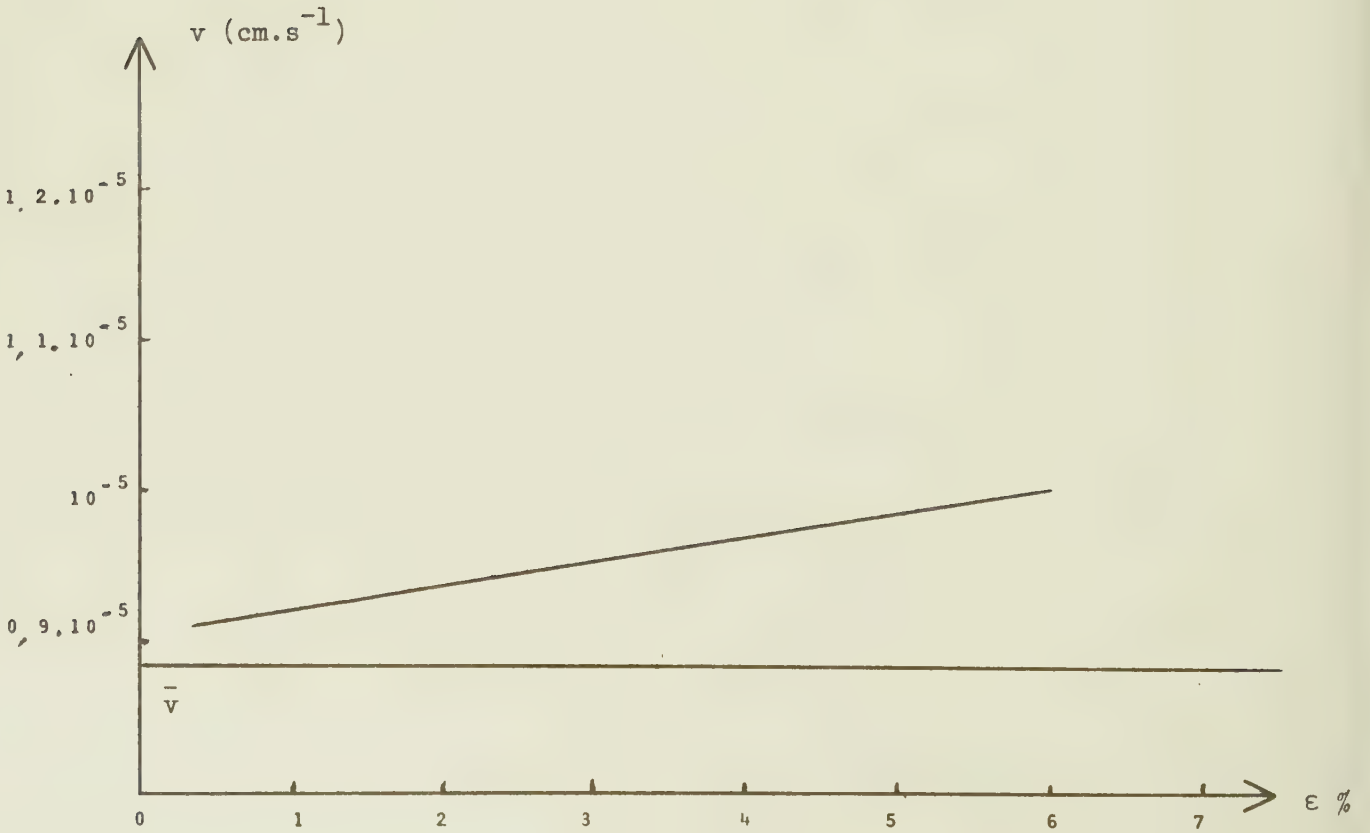


fig. 28 v = f (ε) à Θ = 500°C

Comme : $$\bar{v} = \frac{\dot{\varepsilon}}{\Phi \rho_m b}$$

si l'on prend :

$\dot{\varepsilon} = 1{,}1.10^{-3}\ s^{-1}$

$\Phi = 0{,}5$

$\rho_m = 10^{10}$ dislo cm^{-2}

$b = 2{,}5.10^{-8}$ cm

On trouve : $\bar{v} = 8{,}87.10^{-6}$ cm. s^{-1}

On rappelle que : $N = 6.10^{11}$ (cf. II - 2 b_2).

Les variations de la fonction :

$$v = \left[\frac{1}{8{,}87.10^{-6}} - 8{,}68.10^{-4} \cdot \exp \frac{0{,}3}{k\,T} \cdot (6.10^{11}\ \varepsilon)^{1/2} \right]^{-1}$$

sont représentées :

a) en fonction de la température pour $\varepsilon = 3$ % figure 27

b) en fonction de ε pour T = 773 K figure 28

cette expression n'est pas définie pour :

$$\frac{1}{v} = \tau \exp \left(\frac{E}{kT}\right).(N\ \varepsilon\ )^{1/2}$$

c'est à dire pour $\varepsilon = \left[\bar{v}\ \tau \sqrt{N} \exp \left(\frac{E}{kT}\right) \right]^{-2}$

TABLEAU IX

T (K)	493	523	573	623	773
ε	$2{,}0.10^{-2}$	$4{,}6.10^{-2}$	$1{,}5.10^{-1}$	$3{,}9\ .10^{-1}$	3,41

Valeurs de ε pour lesquelles v n'est pas défini (pour différentes températures).

Ces valeurs montrent que l'expression de t_a envisagée précédemment est insuffisante aux basses températures, car on obtient très rapidement $t_a > \frac{\bar{L}}{\bar{v}}$, ce qui est impossible.

En effet, il apparait, que dans le raisonnement mené plus haut, on n'a pas tenu compte de la génération possible de nouvelles dislocations.

Dès lors, il conviendrait de substituer à t_a un temps de latence qui tiendrait compte des deux possibilités :

- soit remobilisation de la dislocation arrêtée
- soit naissance d'une nouvelle boucle.

Autrement dit, lorsque la probabilité de remobilisation atteint un niveau trop bas, (pour une contrainte donnée) il doit se produire une activation de sources.

Il est bien évident qu'aux températures plus élevées, la probabilité de remobilisation augmente : l'expression de t_a calculée devient alors suffisante.

7°) Utilisation des résultats pour déterminer le domaine d'existence du phénomène P L C dans la déformation et par voie de conséquence ε_c.

Il a été souvent constaté que les hachures de type A sont précédées d'un écrouissage critique ε_c, et que ces hachures disparaissent, au moins aux basses températures, avant que la contrainte maximum ne soit atteinte.

Nos courbes expérimentales comportent un domaine plastique sensiblement continu préalable au déclenchement des hachures d'importance toutefois moindre que dans le cas de certains alliages (Al Cu, Fe Ti, Al Mg) (sans doute à cause de la présence du décrochement à la limite élastique observée avec les alliages Fe Mo).

Cet écrouissage ε_c diminue avec la température croissante.

En effet, considérons les courbes $t_b = f(\varepsilon)$ (fig. 25) pour différentes températures. Sur ces courbes sont également tracées les droites $t_a = f(\varepsilon)$ à ces mêmes températures.

Ces deux familles de courbes se coupent en des points tels que A et B (T = 523 K).

On considère la fonction : $|\Delta(\varepsilon)|_T = |t_a(\varepsilon)|_T - |t_b(\varepsilon)|_T$

Ainsi, entre A et B, $t_a > t_b$, et le phénomène a lieu.

D'une manière plus générale :

si $|\Delta(\varepsilon)|_T > 0$, $\varepsilon \in [A, B]$ le phénomène a lieu

si $|\Delta(\varepsilon)|_T < 0$, $\varepsilon \in]0, A[\cup]B, +\infty[$

le phénomène n'a pas lieu.

$$|\Delta(\varepsilon)|_T = \tau \exp\left(\frac{E}{kT} + \frac{k\,T}{3\,D\,W_M\,b}\right)(1{,}120 \cdot 2\,b \cdot C)^{-3/2}$$

La plus petite des valeurs de ε qui annule $|\Delta(\varepsilon)|_T$ correspond à ε_c. Ainsi on peut en déduire, la courbe théorique $\varepsilon_c = f(T)$. Cette courbe théorique a été tracée sur la figure 29. (branche de la courbe globale correspondant aux températures inférieures à 673 K).

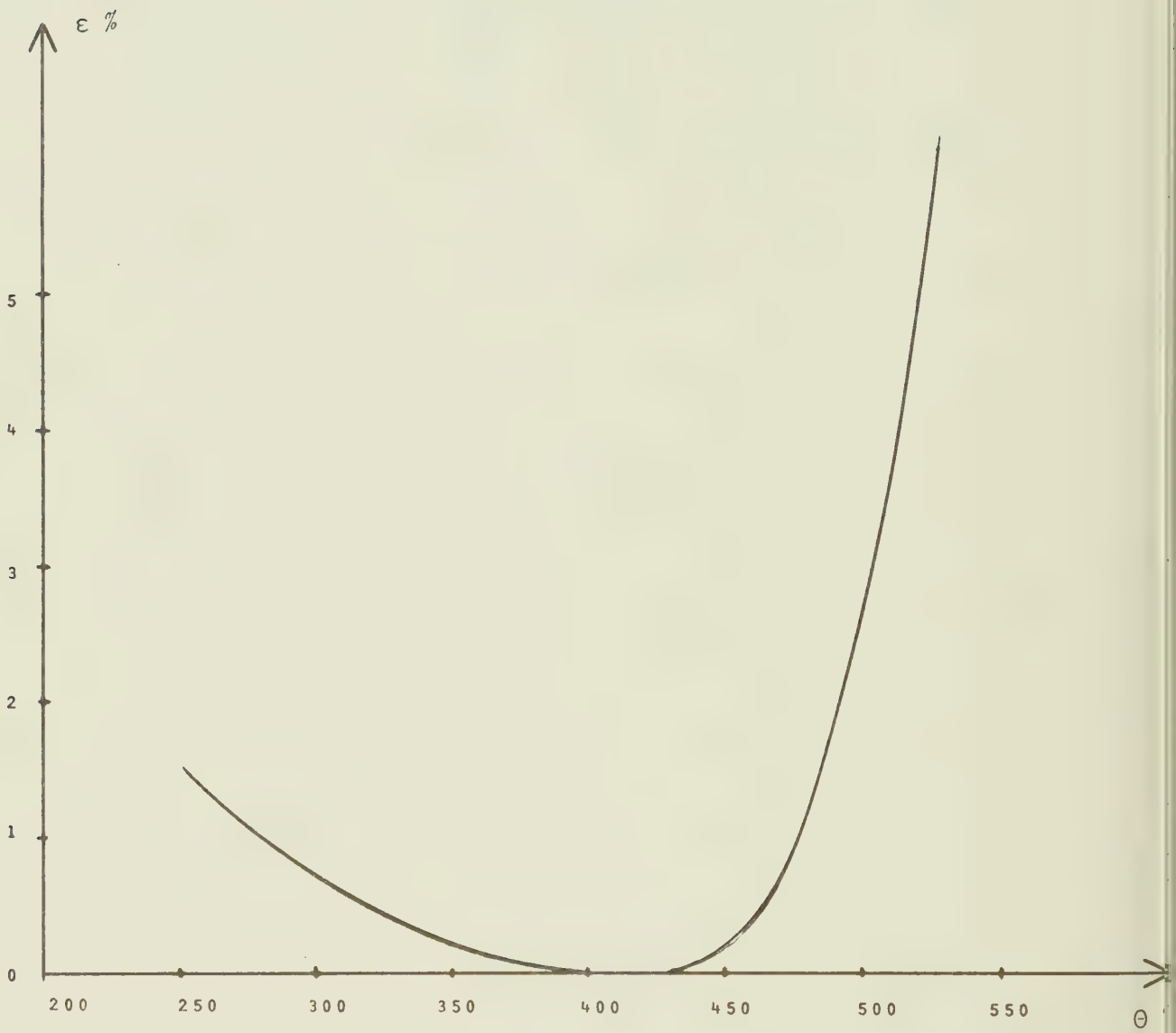


fig. 29 : ε_c théorique

8°) Conclusions

Il apparait que, sur la base des hypothèses de Mac CORMICK et à partir d'un formalisme impliquant le calcul des coefficients de diffusion des atomes de molybdène en présence des lacunes d'écrouissage ainsi que celui des temps de blocage par la méthode décrite, une explication probable du vieillissement dynamique des alliages substitutionnels a pu être proposée.

Le temps de blocage des dislocations mobiles, momentanément arrêtées, est approximativement égal à la période des hachures observées.

Compte tenu des indéterminations qui entachent les valeurs de certains paramètres utilisés (notamment celle de E_m, de la densité de dislocations mobiles et celle de la concentration de saturation des dislocations).

Nous avons vu que l'influence de la distribution des atomes de soluté était négligeable.

En étudiant les courbes $t_b = f(T, \varepsilon)$ nous avons pu atteindre la vitesse de translation des dislocations et étudier ses variations avec T et ε

La détermination du temps d'arrêt t_a est assez incertaine. Néanmoins, l'évaluation grossière que nous en avons faite, a permis de suggérer une méthode pour expliquer théoriquement l'écrouissage critique ε_c et justifier sa décroissance en fonction d'une augmentation de la température.

Le mécanisme des hachures de type A semble être le suivant :

- blocage par les atomes de soluté des dislocations mobiles momentanément arrêtées, d'où augmentation de la contrainte d'écoulement
- ensuite, soit activation de sources, (c'est à dire création de nouvelles dislocations mobiles permettant de continuer la déformation), soit désancrage de ces dislocations momentanément arrêtées, ce qui provoque la chute de contrainte observée.

III - Mécanisme intervenant aux températures supérieures (de 440 à 540°C) : hachures de type B

1°) Calculs

Nous avons signalé antérieurement qu'entre 435 et 440°C le phénomène évolue.

Le décrochement à la limite élastique disparait.

La fréquence des hachures devient très élevée.

Les discontinuités n'apparaissent qu'au delà d'un écrouissage minimum.

De plus, dès 470°C les hachures se présentent comme de simples décrochements, c'est à dire qu'elles ne sont plus précédées d'une augmentation de la contrainte d'écoulement (ceci justifiant une dénomination différente : les hachures de type B). Ces observations, ainsi que les résultats théoriques sur la valeur du coefficient de diffusion, nous ont conduit à considérer l'hypothèse d'un drainage des atmosphères par les dislocations tant que l'écrouissage reste inférieur à sa valeur critique.

Dans l'introduction nous avons vu que le drainage, par une dislocation, d'une atmosphère de soluté, se traduisait par l'apparition d'une force de freinage ralentissant son mouvement. Cette force, opposée à la direction du mouvement, est due à la perturbation de la configuration d'équilibre de l'atmosphère telle qu'elle est établie lorsque la dislocation est immobile (fig. 2)

La vitesse d'entrainement des atomes de soluté est donnée par la relation d'EINSTEIN $\vec{v}_1 = \frac{D\,\vec{F}}{k\,T}$ (28) ou D est le coefficient de diffusion de l'atome de soluté dans le cristal et $\vec{F} = -\overrightarrow{\text{grad}}\, W$, force d'attraction résultant de l'énergie d'interaction W. On supposera ici que le terme W n'est pas sensiblement modifié lorsque la vitesse de translation de la dislocation passe de O à V. Ce terme est de la forme :

$$W \simeq \frac{W_o}{\sqrt{1 - \frac{v^2}{C^2}}}$$

or, la vitesse maximum d'une dislocation est égale à la vitesse du son dans le cristal soit :

$C = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}}$ (si μ est la masse volumique), d'où

$C \simeq 3.10^5$ cm $s.^{-1}$ dans le cristal de fer ; par contre, la vitesse des dislocations envisagées ici est de l'ordre de 10^{-5} cm.s^{-1} à 500°C (fig. 27). On voit donc que les corrections relativistes qui affectent, aux fortes vitesses, le terme W sont ici tout à fait négligeables ($\frac{v^2}{C^2} \simeq 10^{-21}$). Par la suite on utilisera la même formulatinn de W que celle précédemment considérée, à savoir :

$$W = W_M\, b\, \frac{\sin \theta}{r}$$

D'autre part, on négligera également la force qui résulte de l'existence d'un gradient de concentration en atomes de soluté entre la région proche d'une ligne de dislocation et la matrice environnante.

Compte tenu de ces hypothèses, la vitesse d'un atome de soluté devient maximale lorsque F l'est également ; donc, pour $r = b$ et $\theta = \frac{3\pi}{2}$, il vient :

$$(V)_{max} = \frac{D\,W_M}{k\,T\,b} = V_1$$

Les valeurs de D sont calculées par la méthode déjà utilisée dans le chapitre précédent, à partir de la relation :

$$D = \nu\, C_L\,(\varepsilon)\;\; a^2\;\; Z \exp\;\; -\frac{E_m}{kT}$$

Les valeurs de v_1 sont regroupées dans le tableau X et sur les courbes de la figure 30.

On remarque, et c'est une conséquence de la variation de la valeur de D, que la vitesse maximale d'entrainement commence par croître très rapidement, puis diminue au fur et à mesure que l'écrouissage croît.

On peut maintenant analyser le phénomène qui est à l'origine des hachures de type B de la manière suivante :

- la vitesse d'entrainement de l'atome de soluté est inférieure à la vitesse V de translation des dislocations quel que soit l'écrouissage, figure 31, aucune hachure de type B n'est alors possible ($T < 420°C$)
- les courbes $v_1 = f(\varepsilon)$ et $V = f(\varepsilon)$ se coupent pour $\varepsilon = \varepsilon_c$ ($T > 420°C$) :
  - tant que $\varepsilon < \varepsilon_c$ $V_1 > V$, donc les atomes de soluté peuvent suivre aisément les dislocations : il y a drainage
  - pour $\varepsilon > \varepsilon_c$ $V_1 < V$, la dislocation a échappé à l'emprise de son atmosphère.

TABLEAU X

T°C	ε %	0,55	1,1	2,2	3,3	4,4	5,5	6,6	8,8
450		$1,16.10^{-5}$	$1,19.10^{-5}$	$0,83.10^{-5}$	$0,66.10^{-5}$	$0,56.10^{-5}$	$0,5.10^{-5}$	$0,46.10^{-5}$	$0,4.10^{-5}$
500		$2,07.10^{-5}$	$1,8.10^{-5}$	$1,2.10^{-5}$	$0,92.10^{-5}$	$0,79.10^{-5}$	$0,72.10^{-5}$	$0,66.10^{-5}$	$0,58.10^{-5}$
550		$3,34.10^{-5}$	$2,51.10^{-5}$	$1,66.10^{-5}$	$1,53.10^{-5}$	$1,14.10^{-5}$	$1,02.10^{-5}$	$0,93.10^{-5}$	$0,81.10^{-5}$

Valeur de la vitesse d'entrainement en cm. $s.^{-1}$

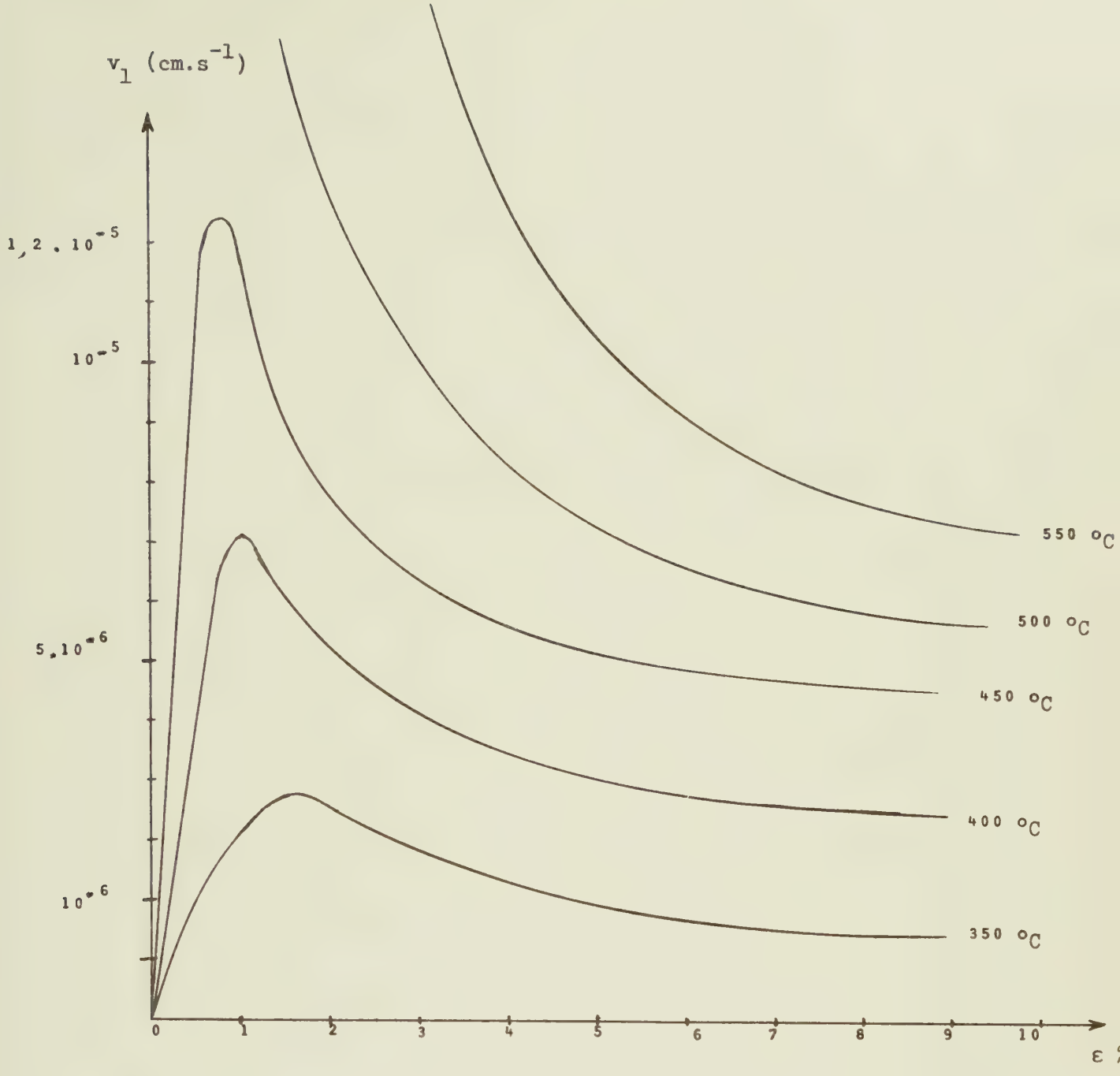


Figure 30 : Variation de la vitesse d'entrainement des atomes de soluté en fonction de la déformation pour différentes températures.

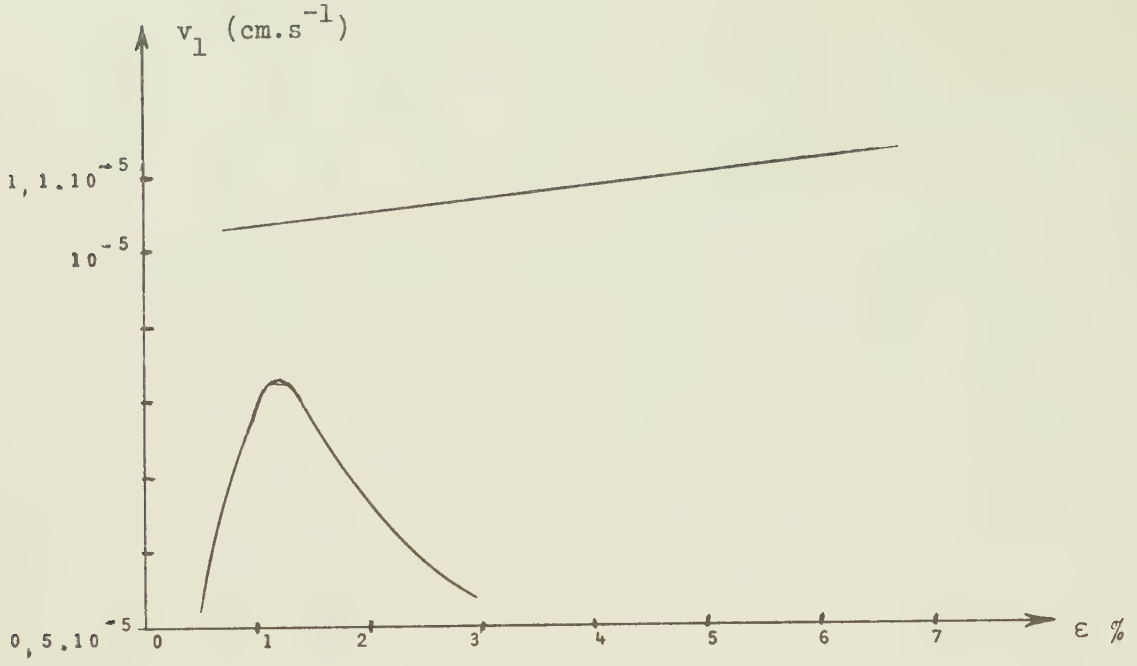


fig. 31 T < 420°C

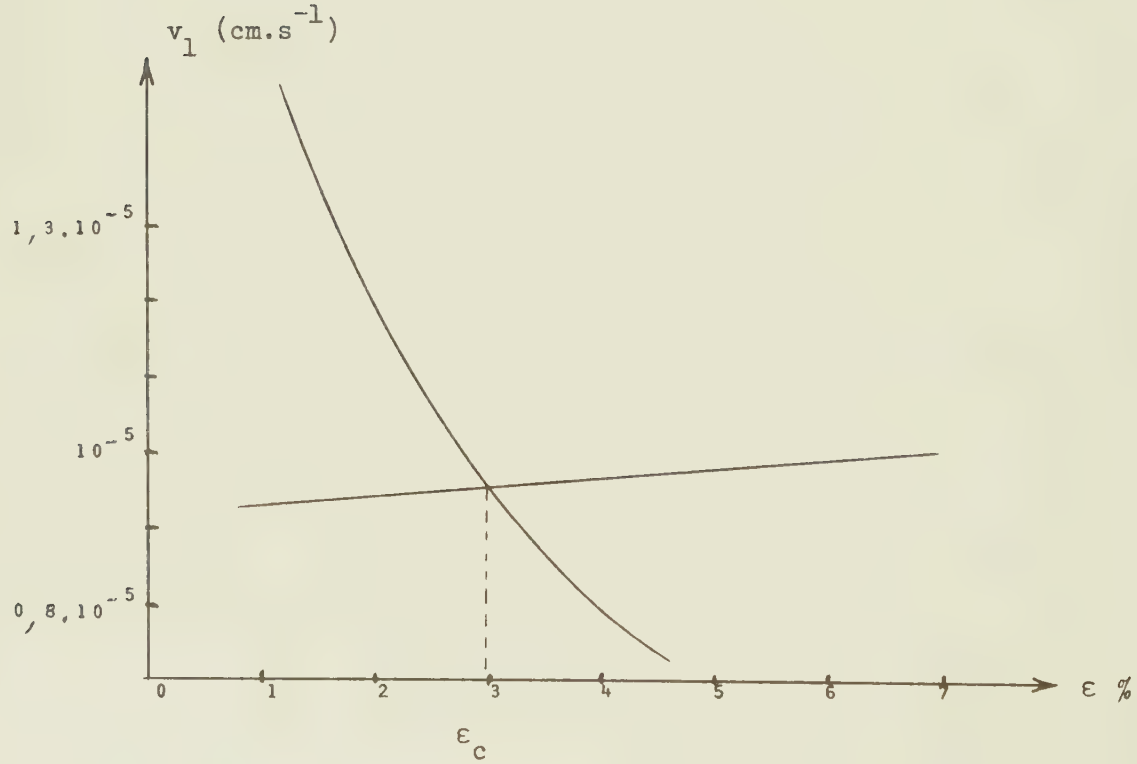


fig. 32 T > 420°C

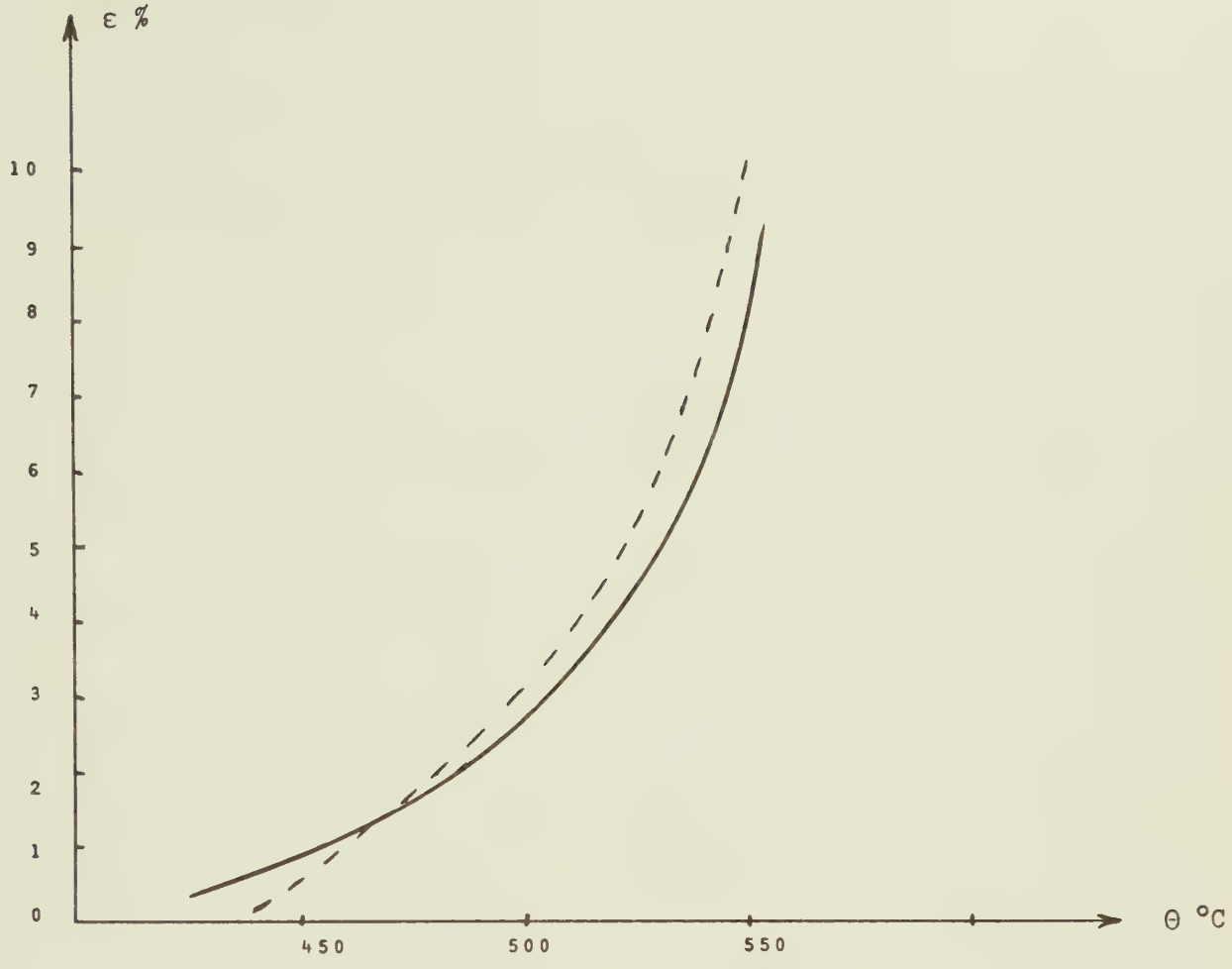


fig. 33 : trait plein : ε_c expérimental

: pointillé : ε_c théorique

Il est donc logique de supposer que le décrochement, donc l'apparition de la première hachure a lieu pour $v_1 = v$,

soit $\varepsilon = \varepsilon_c$ (fig. 32).

Cette analyse permet la détermination théorique de ε_c par l'équation : $v_1 (T_1, \varepsilon_c) = v (T_1, \varepsilon_c)$

soit : $$\frac{| D |_{\varepsilon_c} \; W_M}{k \; T \; b} = \left[\frac{1}{\bar{v}} - \tau \exp \frac{E}{kT} (N \varepsilon_c)^{1/2} \right]^{-1}$$

Cette courbe théorique est représentée sur la figure 29 (branche ascendante de la courbe située dans la partie droite) et sur la figure 33 en ligne pointillée ; dans cette même figure, la courbe expérimentale a été tracée en trait plein : elle s'écarte relativement peu de la courbe théorique, ce qui permet de conclure à la validité de l'hypothèse précédemment formulée pour interpréter ε_c.

2°) Il reste alors à analyser les décrochements successifs observés au delà de ε_c.

Faisons un bilan des forces s'exerçant sur une dislocation en mouvement dans son plan de glissement lorsqu'une contrainte σ est appliquée dans ce plan :

- il y a d'abord une force $F_1 = \sigma b$ responsable du mouvement
- ensuite il faut considérer F_2 (opposé à F_1) due au mouvement de la dislocation qui implique la rupture de liaisons (force de PEIERLS).

On peut imaginer que F_2 est une fonction croissante de la vitesse de translation v de la dislocation. Par suite la vitesse v d'une dislocation en mouvement uniforme découle de l'égalité $| F_1 | = | F_2 |$.

Si maintenant la dislocation draine une atmosphère, il vient s'ajouter à F_2 une force de friction F_3 (voir dans l'introduction fig. 1) ; la nouvelle vitesse v est alors le résultat de l'égalité

$$| F_1 | = | F_2 + F_3 |$$

Si σ, donc F_1, ne changeait pas, F_2 devrait diminuer, ce qui entrainerait une régression de la vitesse v.

En fait, la vitesse de déformation étant imposée, v doit sensiblement conserver sa valeur primitive, (sensiblement car il peut y avoir création de nouvelles dislocations mobiles, venant pallier la légère diminution de v).

Dès lors, puisque v tend à rester constant, F_2 le demeure également ; par suite, la contrainte σ doit augmenter, ce qui explique la valeur plus élevée de $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ pour $\varepsilon < \varepsilon_c$ (le taux de consolidation regressant quelque peu pour $\varepsilon > \varepsilon_c$, voir figure 11).

Lorsque $\varepsilon < \varepsilon_c$ l'équilibre des forces est donné par $| F_1 | = | F_2 + F_3 |$; quand $\varepsilon = \varepsilon_c$ (1er décrochement) il y a suppression de F_3 (point A figure 34) : l'équilibre précédent est rompu et - pendant une période transitoire - $| F_1 | > | F_2 |$, d'où une augmentation brutale de la vitesse de la dislocation tandis que la vitesse de déformation devient supérieure à celle imposée.

Figure 34 a

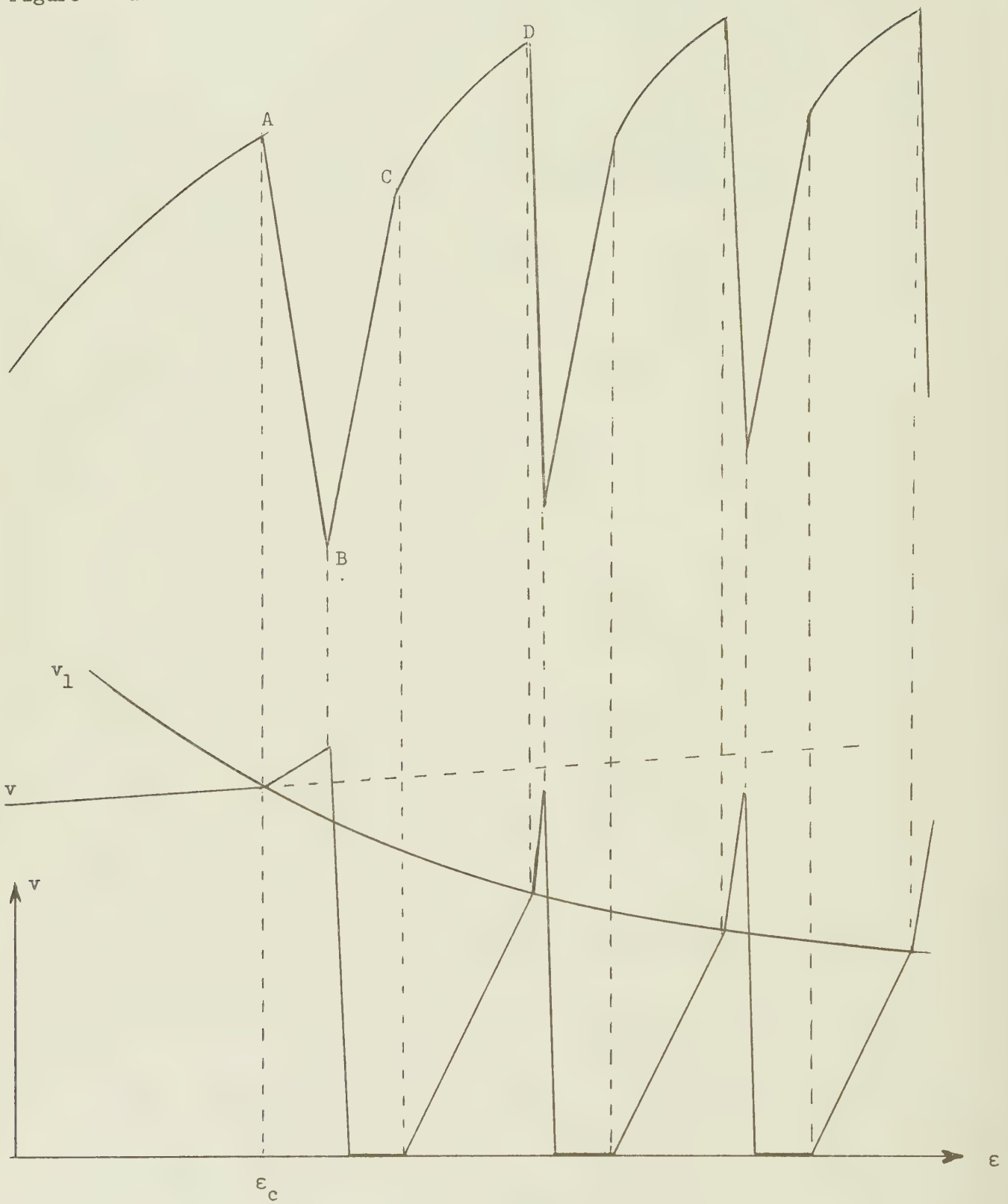


Figure 34 b

Par voie de conséquence, la contrainte chute temporairement (A B).

Pendant la période transitoire la dislocation a donc une vitesse supérieure à celle théoriquement nécessaire pour la suite de la déformation ; elle va alors rencontrer dans son mouvement accéléré une atmosphère non encore dissoute, (sans doute à cause de la rapidité de ce mouvement) laquelle a été précédemment abandonnée par une autre dislocation.

Il va y avoir à nouveau piégeage (point B).

La remise en charge se compose d'une partie essentiellement élastique (B C) et d'une portion plastique (C D) figure 34 a.

La partie élastique B C correspond à la remise sous tension de la dislocation immobilisée. La partie plastique C D correspond à la remobilisation progressive de la dislocation, qui draine une atmosphère pendant un court instant ; dès que la vitesse v devient égale à v_1, un nouveau décrochement intervient.

Le schéma b de la figure 34 traduit les variations successives de la vitesse des dislocations pour $\varepsilon > \varepsilon_c$.

Il apparait que, pour avoir des hachures de type B, la différence $\Delta v = v - v_1$ ne doit pas être trop grande.

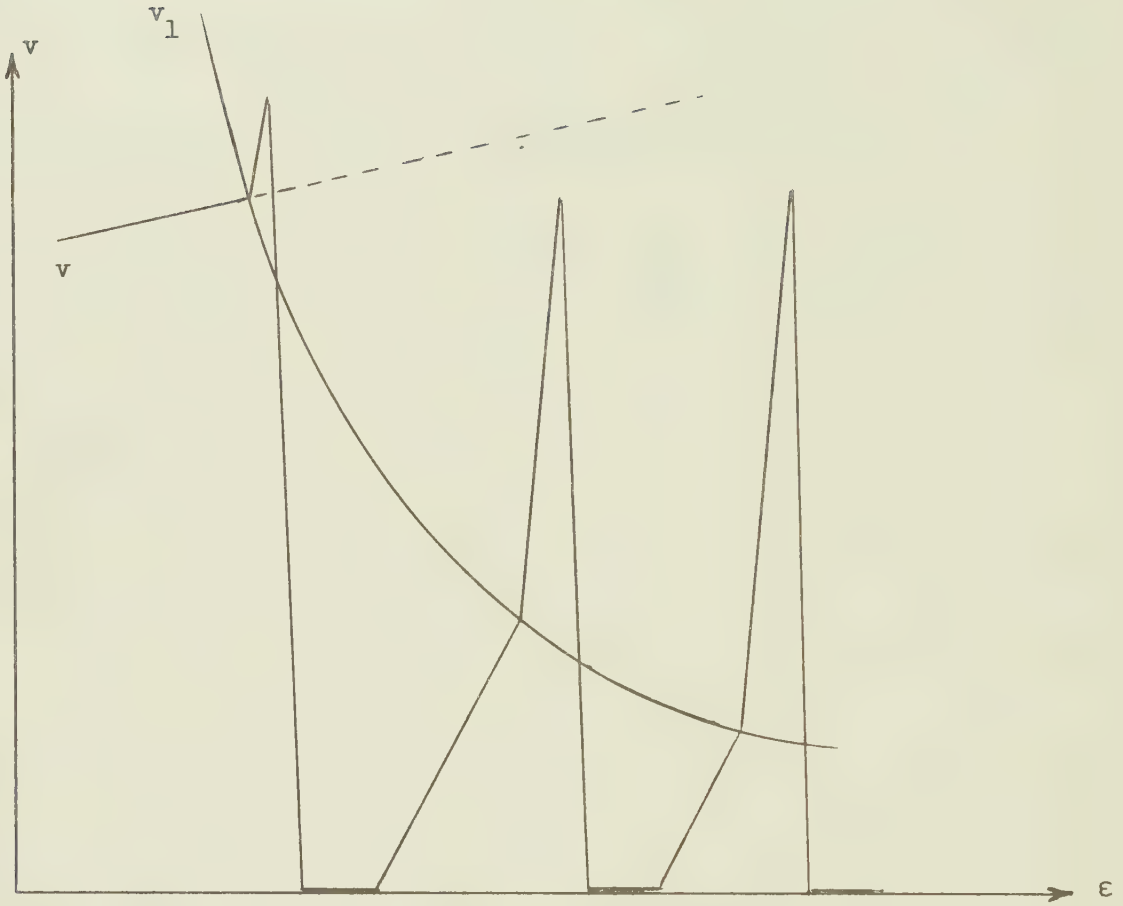


Figure : 35 : Analyse des décrochements lorsque la température est d'environ 450°C.

Deux cas se présentent alors :

- ou bien Δ v reste faible (fig. 34 b) (cas des essais à température relativement élevée T > 470°C) : seules des hachures du type B seront observées au delà de ε_c.
- ou bien Δ v ne reste faible que dans un intervalle réduit de déformation au delà de ε_c (fig. 35). Il est clair que dans cet intervalle les hachures seront du type B ; par contre, quand ε croît suffisamment, Δ v augmente parallèlement au point que le drainage cesse d'être possible. Le mouvement des dislocations tend à devenir du type :

  déplacement - arrêt - remobilisation sans drainage - arrêt ...

  ce qui se rapproche du comportement caractérisant les hachures du type A et justifie les possibilités d'évolution d'un type de hachures vers l'autre entre 440 et 470°C.

Lorsque la température devient suffisamment élevée, c'est à dire au delà de 540°C (pour $\dot{\varepsilon} = 1{,}1.10^{-3}$ s.$^{-1}$) on n'observe plus de hachures. Nous pouvons envisager que ceci découle de deux phénomènes qui interviennent sans doute simultanément :

- la dissolution des atmosphères en raison de l'activation thermique accrue,
- la vitesse d'entrainement $v_1 >> v$ quelle que soit ε, ce que montrent les courbes $v_1 = f(\varepsilon)$.

L'énergie d'activation pour cette disparition a été calculée à l'aide de la formule $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_o \exp - \frac{E}{k T}$ pour différentes vitessea de traction dans le domaine de température où les hachures disparaissent. On trouve E = 3,19 eV ; cette valeur correspond sensiblement à la somme de deux énergies, à savoir celle d'autodiffusion du fer (supposée similaire à celle de la diffusion du molybdène dans le fer) soit 2,8 eV à laquelle est ajoutée l'énergie de liaison W_M = 0,3 eV.

La réapparition des hachures du type B pendant la striction, lorsque la température dépasse 540°C, peut être expliquée de la manière suivante :

dans le domaine de la striction la vitesse de déformation augmente sensiblement ; par suite, la courbe $v = f(\varepsilon)$ ainsi réhaussée peut couper la courbe $v_1 = f(\varepsilon)$ supposée peu modifiée du fait de l'augmentation de la vitesse de déformation. Par contre, avant la striction la vitesse v_1 était toujours supérieure à v ce qui laisse à penser que - dans la courbe de consolidation - les atmosphères existent et suivent facilement les dislocations en mouvement.

3°) Conclusion

L'hypothèse du drainage des atmosphères de soluté par les dislocations puis leur décrochement, permet d'expliquer de façon satisfaisante les hachures de type B. Sa justification quantitative a été fondée sur les valeurs précédemment obtenues concernant les coefficients de diffusion et la vitesse de translation des dislocations en fonction de ε croissant. Sur ces bases, il a été également possible d'expliquer l'accroissement de l'écrouissage critique avec la température et le déclenchement des hachures de type B en début de déformation ; une évolution vers le type A est probable aux fortes déformations lorsque la température est comprise entre 440 et 470°C. Au delà de 540°C toute hachure disparait sauf incidemment dans la zone de striction.

IV - Lien existant entre phénomènes microscopiques et macroscopiques

Il semble nécessaire d'établir la relation entre les phénomènes microscopiques que nous venons d'évoquer et les effets macroscopiques visibles sur les courbes de traction. Dans un cristal pur à déformation nulle, le réseau des dislocations constitue une distribution dans l'espace de lignes dont les points de rencontre sont des jonctions attractives. Lors d'une déformation, on conçoit que l'arrachement de ces jonctions, ou la nucléation de nouvelles dislocations se fait de façon aléatoire.
Il en résulte une déformation continue.

Dans le cas d'un métal contenant des atomes de soluté donnant lieu au vieillissement dynamique, au mécanisme d'ancrage mentionné précédemment, s'ajoute le blocage dû aux atomes de soluté.
Ce blocage ne dépend que du temps mis par les atomes de soluté pour diffuser vers le coeur de la dislocation. Nous avons vu que ce temps t_b ne dépend pratiquement pas de la façon dont sont distribués les atomes de soluté : t_b a donc une valeur déterminée ne donnant lieu qu'à de faibles fluctuations.
Si l'on suppose que le blocage est réparti le long de la dislocation (composante coin), c'est alors ce mécanisme, et non plus l'arrachement des jonctions qui va contrôler, dans un certain domaine de température, le mouvement des dislocations, donc la déformation plastique.

Comme l'intensité de ce blocage est identique pour toutes les dislocations, quand l'arrachement se produit, il intervient simultanément pour toutes les dislocations mobiles et il donne lieu à une chute de contrainte observable sur les courbes contrainte - élongation.

Lorsque la température est suffisamment élevée, les atmosphères sont déjà formées avant que la déformation ne commence ; la force de friction est pour autant la même pour toutes les dislocations mobiles et on est ramené au raisonnement précédent.

CONCLUSIONS GENERALES

Dans ce travail nous avons essentiellement étudié le phénomène PORTEVIN-LE CHATELIER, qui se manifeste aux températures supérieures à l'ambiante, dans les solutions solides substitutionnelles Fe Mo de symétrie cubique centrée, à teneur en soluté au plus égale à 3 % at. (5 % pds).

Nous avons d'abord noté l'existence d'une interaction entre les interstitiels, inévitablement présents (carbone et azote) et les atomes de molybdène. Le piégeage total des interstitiels contenus dans les alliages considérés est réalisé à partir d'une teneur de 0,3 % at. Mo. Par suite, les phénomènes observés pour les alliages de teneur en soluté comprise entre 0,3 et 3 % at. sont uniquement liés à la présence des atomes substitutionnels.

En second lieu, l'évolution de la forme des hachures observées sur les courbes contrainte - élongation, nous a conduit à envisager l'existence de deux mécanismes élémentaires différents intervenant successivement lorsque la température s'élève.

Le premier mécanisme (hachures du type A, basses températures) a été étudié en s'inspirant des hypothèses proposées par Mac CORMICK. Ces hypothèses s'appuient sur le mouvement discontinu des dislocations mobiles ; leur blocage résulte de la diffusion à courte distance des atomes de soluté pendant l'arrêt temporaire des dislocations. Nous avons mis au point une méthode générale de calcul des temps de blocage des dislocations, qui nous a conduit à étudier :

a) la valeur de la concentration en lacunes dans l'alliage au cours de l'écrouissage, valeur dont découle celle du coefficient de diffusion. Le calcul montre qu'il se produit d'abord un brusque accroissement de la concentration en défauts lié à leur formation du fait du mouvement des dislocations ; la poursuite de l'écrouissage tend au contraire à faire régresser la concentration en lacunes du fait de leur élimination sur les dislocations immobiles.

b) l'influence de la distribution des atomes de soluté dans le cristal qui s'est révèlée ne pas être un facteur prépondérant.

c) la valeur du temps d'arrêt des dislocations mobiles, et par voie de conséquence, leur vitesse de translation, dont nous avons étudié les variations avec la température et l'écrouissage.

Les résultats quantitatifs obtenus semblent confirmer le bien fondé de nos hypothèses.

En bref, les hachures de type A résultent

- de l'arrêt momentané, pendant une durée suffisante, des dislocations mobiles,
- de la formation d'atmosphères autour de ces dislocations temporairement immobilisées,
- de leur remobilisation par arrachement du fait de l'accroissement de contrainte, ou de l'activation des sources.

Le second mécanisme (hachures de type B, hautes températures) a été interprété sur la base d'un modèle ou intervient la décroissance de la vitesse d'entraînement des atomes de soluté au cours de l'écrouissage progressif. Cette décroissance résulte, par l'intermédiaire du coefficient de diffusion, de la diminution de la concentration de lacunes déjà mentionnée. Au début de la déformation il y a drainage des atmosphères jusqu'au moment où, leur vitesse devenant insuffisante pour qu'elles puissent suivre les dislocations, un décrochage se produit auquel est associée une chute de la contrainte ; ce processus implique donc l'existence d'un écrouissage préalable au déclenchement des hachures. Il faut noter que le modèle a permis de déterminer de façon théorique les variations de ε_c avec la température dans tout le domaine où le phénomène intervient.

La façon de raisonner a été la même pour les deux mécanismes envisagés :

on a étudié séparément les paramètres gouvernant le comportement des dislocations et des atomes de soluté, puis on en a déduit les domaines d'interaction éventuelle. Ce raisonnement peut paraître simpliste ; en effet, il est par exemple prouvé expérimentalement que l'existence du phénomène P L C influe sur la densité des dislocations, cette modification entraînant, par voie de conséquence celle de la concentration des lacunes dans l'alliage, donc du coefficient de diffusion des atomes de soluté. Or cet effet a été ici négligé de même que d'autres effets d'interaction considérés comme du 2ème ordre.

En fait, la connaissance que nous avons de la déformation plastique des solides cristallins est tout à fait insuffisante pour oser

mener des calculs précis qui aient une signification.
D'autre part, il faut noter que tous les calculs ont été effectués en faisant des approximations qui peuvent sembler parfois hasardeuses ou contestables. Ceci est en grande partie dû au fait que le fer demeure encore un métal très mal connu, en ce sens que bien des données physiques font défaut ; par exemple les valeurs de l'énergie de migration des lacunes dans le fer et ses alliages sont très incertaines ; de même l'absence d'une théorie sur la densité de dislocations mobiles pendant l'écrouissage se fait cruellement sentir.

A ce propos, il semble que l'étude du vieillissement dynamique puisse apporter beaucoup de renseignements sur le comportement et les caractéristiques structurales (variation des densités de lacunes et de dislocations) des alliages présentant ce phénomène.
Nous avons le sentiment d'avoir contribué quelque peu à l'acquisition de ces connaissances. Même, si par la suite, tout ce qui a été dit ici se révèlait inexact, ceci demeurerait un mensonge honnête.

ANNEXE I

Nous considérons le milieu comme un continuum élastique isotrope ce qui constitue une importante approximation. La déformation présente une symétrie sphérique centrée sur l'atome de Mo.

Le déplacement radial à une distance r de cet atome est donné par l'équation (25) :

$$U(r) = \frac{g_o}{8 \Pi G} \cdot \frac{1-2\nu}{1-\nu} \cdot \frac{1}{r^2}$$

avec : G module de COULOMB

ν coefficient de POISSON

La constante de g_o dépend par ailleurs de la taille de l'atome d'impureté introduit par rapport à celle des atomes du réseau ; elle s'exprime par :

$$\Longrightarrow \quad g_o = \frac{8 \Pi G}{9} \cdot \frac{1+\nu}{1-2\nu} \cdot \varepsilon \cdot r_o^3$$

- $r_o = r_{Fe}$

- $\frac{r_{Mo}}{r_{Fe}} = 1 + \varepsilon = 1{,}107$

d'où $\varepsilon = 0{,}107$

avec $G = \mu \quad 8{,}3.10^{11}$ dynes/cm^2

$\nu = 0{,}29$

on trouve : $g_o = 2{,}09.10^{-12}$ erg.

$$\Longrightarrow \quad U(r) = 5{,}927.10^{-26} \cdot \frac{1}{r^2}$$

Interstice A :

La plus petite dimension de cet interstice est l'intervalle entre les deux atomes situés sur deux centres de cubes adjacents.

Dans le modèle des sphères dures le rayon de l'atome de fer α vaut : 1,24 Å. La dimension de l'interstice est :

$2{,}87 - 2\,(1{,}24) = 0{,}39$ Å $= 3{,}9.10^{-9}$ cm.

Si nous plaçons l'atome de Mo, dont le rayon vaut 1,36 Å dans ce modèle, la nouvelle dimension de l'interstice va nous être donnée par la différence de la dimension initiale et de l'expression $r_{Mo} - r_{Fe}$, à laquelle il faut d'autre part retrancher le déplacement (dû au déplacement élastique de l'atome de fer situé au centre du cube adjacent).

Ce déplacement est donné par $U\,(a - 1{,}24.10^{-8})$, et non pas par $U\,(a)$ car le modèle du continuum ne tient pas compte d'atomes assimilés à des sphères dures. Dans ces conditions la variation de la dimension de l'interstice est donc :

$$(1{,}36 - 1{,}24)\,10^{-8} - 5{,}927.10^{-26}\ \frac{1}{\left[(2{,}87-1{,}24)\,10^{-8}\right]}\ 2$$

$$= 9{,}77.10^{-10}\ \text{cm} \simeq 10^{-9}\ \text{cm}$$

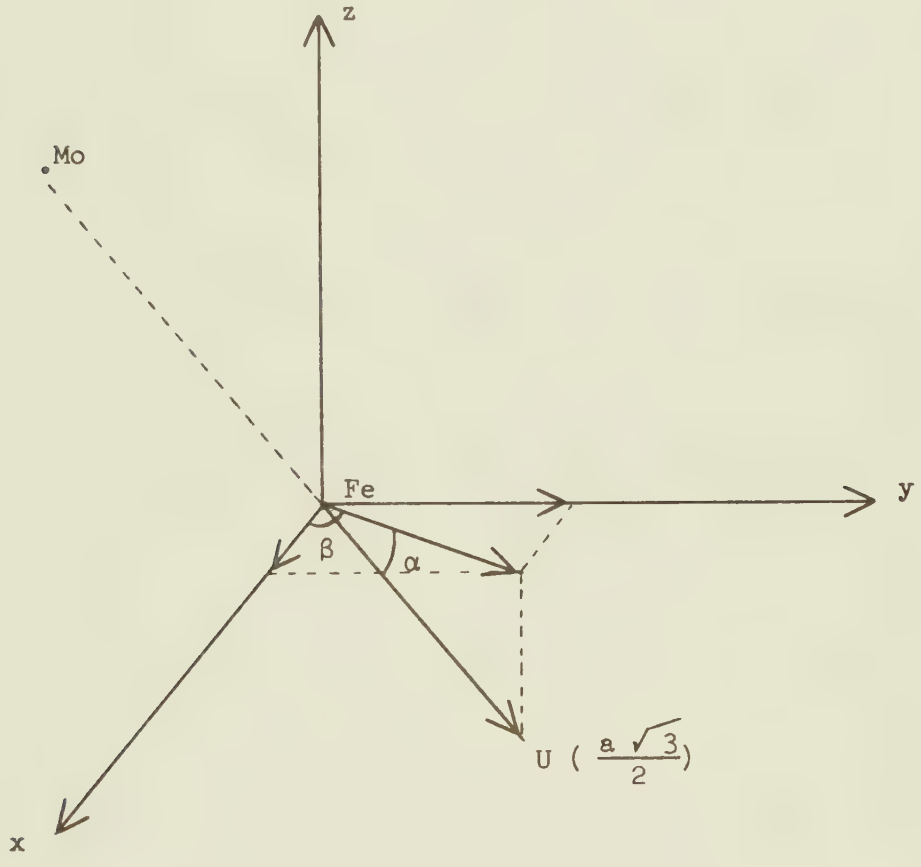
On constate donc que l'interstice a été comprimé de

$$\frac{10^{-9}}{3{,}9.10^{-9}} \simeq 0{,}25$$ soit une déformation de 25 %.

Remarque : En fait, le même calcul effectué avec U (a) conduit à une erreur de l'ordre de 1 %. Par suite, nous ne tiendrons plus compte de cette correction.

Interstice B

La distance séparant deux atomes de fer suivant une direction [111] vaut évidemment $\frac{a\sqrt{3}}{2}$



Nous allons calculer le déplacement vers les x > 0 de l'atome de fer primitivement situé à la distance $\frac{a\sqrt{3}}{2}$ quand l'atome de fer central est remplacé par un atome de molybdène. Par raison de symétrie, les deux atomes de fer situés de part et d'autre de l'interstice B s'écarteront de la même quantité.

Le déplacement que nous cherchons va être donné par :

$$d = 2 \cdot U \quad \frac{a\sqrt{3}}{2} \cdot \cos \quad \alpha \cdot \cos \beta$$

nous avons : $\cos \alpha = \cos \mid 110 \mid \mid 111 \mid = \frac{2}{\sqrt{6}} = 0,82$

et $\cos \beta = \frac{\sqrt{2}}{2}$

d'où : $d = 1,11.10^{-10}$ cm

Comme la dimension primitive de l'interstice valait $3,9.10^{-9}$ cm le dilatation enregistrée est de l'ordre de 3 %.

ANNEXE II

Au cours de l'écrouissage la variation de la concentration des lacunes par unité de temps est égale à

$$\frac{d c_1}{d t} + \frac{d c_2}{d t} \quad , \text{ avec :}$$

- $\frac{d c_1}{d t}$: vitesse de création : donc $\frac{d c_1}{d t} = B \cdot \frac{d \varepsilon}{d t} = B \dot{\varepsilon}$

- $\frac{d c_2}{d t}$: vitesse d'élimination des lacunes sur les dislocations dont la densité varie au cours du temps.

L'énergie d'interaction lacunes - dislocations est de la forme :

$W_L = W_M^L \left(\frac{b}{r}\right)^n$ W_M^L étant égal à l'énergie maximale d'interaction.

D'après la formule de FRIEDEL (26) le nombre de lacunes éliminées pendant le temps t sur une dislocation, est de la forme

$$n_1 = n_o \Pi \left[\frac{n (n + 2) D_L W_M^L b^n}{k T} \right]^{2/n+2} t^{2/n+2}$$

avec :

- n_o nombre de lacunes par unité de volume au temps t = 0
- D_L coefficient de diffusion des lacunes.

En fait le matériau contient une densité de dislocations ρ, qui varie en fonction de l'écrouissage, donc du temps.
En l'absence de théorie quant à la variation de la densité de dislocations au cours de l'écrouissage, nous prendrons la formule empirique $\rho = N \varepsilon$

soit $\frac{d \rho}{d t} = N \dot{\varepsilon}$

Le nombre total de lacunes éliminées au temps t sera donc :

$$n = n_o \Pi \left[\frac{n (n + 2) D_L W_M^L b^n}{k T} \right]^m \int_0^t t^m \frac{d \rho}{d t} \, d t$$

avec $m = \frac{2}{n + 2}$

soit en dérivant par rapport au temps

$$\frac{d n}{d t} = n_o \Pi \left[\frac{n (n + 2) D_L W_M^L b^n}{k T} \right]^m \cdot t^m \quad N \cdot \dot{\varepsilon}$$

la vitesse d'élimination cherchée est donc :

$$\frac{d c_2}{d t} = - \frac{d n}{d t}$$

nous avons donc :

$$\frac{d c_2}{d t} = - n_o \; N \; \Pi \dot{\varepsilon} \quad A \; t^m$$

en posant $A = \left[\frac{n (n + 2) D_L W_M^L b^n}{k T} \right]^m$

Si nous tenons compte de l'appauvrissement de la matrice en raison des faibles concentrations mises en jeu $\frac{d c_2}{d t}$ est alors proportionnelle à la concentration C des lacunes restantes,

donc : $\frac{d c_2}{d t} = - C N \Pi \dot{\varepsilon} \; A \; t^m$

La vitesse d'augmentation effective de la concentration en lacunes, en fonction de l'écrouissage croissant est donc égale à :

$$\frac{d\,c}{d\,t} = - C\,N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,t^{m} + B\,\dot{\varepsilon}$$

Il faut intégrer cette équation différentielle par la méthode dite "de la variation de la constante".

1°) Solution sans le terme constant du second membre.

par intégration de :

$\frac{d\,c}{d\,t} = - C\,N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,t^{m}$ on obtient :

$$C_L = \alpha \exp\left(- N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right)$$

2°) Solution avec second membre au complet (par la variation des constantes) on obtient :

$$C = \alpha \exp\left(- N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right)$$

$$\text{d'où } \frac{d\,c}{d\,t} = \frac{d\,\alpha}{d\,t} \exp\left(- N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right)$$

$$- \alpha\,N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,t^{m} \exp\left(- N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right)$$

$$= \frac{d\,\alpha}{d\,t} \exp\left(- N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right) + C\,N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,t^{m}$$

$$\text{or : } \frac{d\,c}{d\,t} = - C\,N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,t^{m} + B\,\dot{\varepsilon}$$

$$\text{donc : } \frac{d\,\alpha}{d\,t} \exp\left(- N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right) = B\,\dot{\varepsilon}$$

$$\text{d'où : } \frac{d\,\alpha}{d\,t} = B\,\dot{\varepsilon} \exp\left(+ N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right)$$

Nous avons donc :

$$C_L = B\,\dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(-N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{t^{m+1}}{m+1}\right)\int_0^t \exp\left(N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A\,\frac{\tau^{m+1}}{m+1}\right)\,d\tau + K$$

pour t = 0 nous devons avoir la concentration à l'équilibre thermique d'où $(C)_{t=0} = K = \exp\left(-\frac{E_f}{kT}\right)$

E_f étant l'énergie de formation d'une lacune

Le calcul de l'expression de C_L a été effectué sur ordinateur, car il n'existe pas d'expression analytique d'intégrale de la forme $\int_A^B \exp x^n\,dx$ avec $n \geqslant 3$

Pour la programmation l'expression a été mise sous la forme

$$C_L = \exp\left(-\frac{E_f}{h\,T}\right) + B\,\dot{\varepsilon}\int_0^t \exp\left[\frac{N\,\Pi\,\dot{\varepsilon}\,A}{(m+1)}\,(\tau^{m+1} - t^{m+1})\right]d$$

afin de ne pas dépasser la capacité de la machine avec l'exponentielle positive.

Nous avons pris les valeurs suivantes :

$\dot{\varepsilon} = 1{,}1.10^{-3}\ s.^{-1}$ — $D_L \simeq \exp\left(-\frac{E_m}{kT}\right)$

$B = 10^{-4}$ (15) — $E_m = 0{,}8$ eV

$N = 6.10^{11}$ — $W_M^L = 0{,}2$ eV

$b = 2{,}5.10^{-8}$ cm — $n = 2$ d'où $m = \frac{1}{2}$

La valeur n = 2 correspond à une interaction par effet de module, prépondérante dans le cas des lacunes - dislocations (28).

La valeur W_M^L = 0,2 eV a été prise arbitrairement car il n'existe aucune donnée dans la littérature.

W_M^L est de l'ordre de 0,3 eV dans les C F C (27), la valeur de 0,2 eV semble donc raisonnable.

Il faut d'ailleurs noter qu'un changement de cette valeur du simple au double n'introduit pas de grosses variations dans les résultats.

ANNEXE III

a) Cherchons d'abord la loi de probabilité (concernant n atomes de soluté dans un volume donné d'alliage).

Soit un volume V de l'alliage contenant N atomes de soluté.

La probabilité d'avoir un de ces atomes (supposé repéré) dans un volume v plus petit que V, soit :

$P(1) = \left(\frac{v}{V}\right)$ est égale au rapport des volumes considérés

La probabilité pour que n de ces atomes se trouvent dans le volume v pendant que les (N - n) autres soient dans le volume restant (V - v) est donc $\left(\frac{v}{V}\right)^n \left(\frac{V - v}{V}\right)^{N - n}$

comme ces n atomes sont en fait indiscernables, il existe C_N^n configurations possibles, d'où finalement

$$P(n) = C_N^n \left(\frac{v}{V}\right)^n \left(1 - \frac{v}{V}\right)^{N - n}$$

Posons maintenant :

$\frac{N}{V} = c = \frac{n}{v}$ c étant la concentration en atomes par unité de volume

$$P(n) = C_N^n \left(\frac{C \cdot v}{N}\right)^n \left(1 - \frac{C \cdot v}{N}\right)^{N-n}$$

d'autre part :

$$C_N^n = \frac{N\,!}{n!\,(N - n)\,!}$$

si N grand on peut utiliser la formule de STIRLING, à savoir :

$$N ! \simeq \sqrt{2 \Pi N} \cdot N^N \cdot e^{-N}$$

Nous obtenons $C_N^n = \dfrac{\sqrt{2 \Pi N} \cdot N^N \cdot e^{-N}}{n ! \sqrt{2 \Pi (N-n)} \cdot (N-n)^{N-n} \cdot e^{-(N-n)}}$

comme $N >> n$:

$$C_N^n \simeq \frac{N^N}{n ! (N-n)^{N-n} \cdot e^n} = \frac{e^{-N}}{n !} \cdot \left(\frac{N^N}{(N-n)^{N-n}} \right)$$

or : $$\frac{N^N}{(N-n)^{N-n}} = \left(\frac{N}{N-n} \right)^N \cdot (N-n)^n$$

$$= \left(\frac{1}{1 - \frac{n}{N}} \right)^N (N-n)^n = \left(\frac{1}{1 - \frac{n}{N}} \right)^N \cdot N^n \left(1 - \frac{n}{N} \right)^n$$

$$\simeq e^{+n} N^n \qquad \text{donc} \quad C_N^n \simeq \frac{N^n}{n!}$$

ce qui permet d'écrire :

$$P(n) \# \left[\frac{N^n}{n!} \right] \left[\left(\frac{C \cdot v}{N} \right)^n \left(1 - \frac{C \cdot v}{N} \right)^{N-n} \right]$$

d'où $P(n) \simeq \dfrac{N^n}{n!} \dfrac{(C v)^n}{N^n} e^{-C \cdot v}$

donc : $P(n) = \frac{(C \cdot v)^n}{n!} \quad e^{-C \cdot v}$

On obtient donc une distribution de POISSON.

b) Valeur moyenne de la distance séparant deux atomes de soluté

- Soit un volume v de l'alliage contenant N atomes de soluté, dont on considère un petit élément de volume : $v \ll V$ de symétrie sphérique, centrée sur un atome de soluté.
- Soit P (O) la probabilité pour que v ne contienne pas d'autre atome que celui considéré comme origine.
- Soit P (N) la probabilité pour que le volume restant (V - v) contienne les N atomes restant. (En fait N - 1 ≃ N si N suffisamment grand).

Ces deux évènements étant complémentaires on a :

$$P(O) + P(N) = 1$$

Ne connaissant pas le nombre N on peut remplacer P (N) par P ($n \geq 1$) : probabilité pour que le volume extérieur à v contienne au moins 1 atome.

Ainsi : $P(n \geq 1) = 1 - P(O)$

$$P(O) = e^{-C v} \quad \text{d'où} \quad P(n \geq 1) = 1 - e^{-C v}$$

La densité de probabilité en fonction du volume est donc :

$$d P(n > 1) = C e^{-C v} \, d v$$

Si on considère une symétrie sphérique :

$$d P(n \geq 1) = 4 \, \Pi \, C \, r^3 \, e^{-4/3 \, \Pi \, r^3 C} \, d r$$

Le rayon moyen tel qu'il y ait zéro atome dans la sphère de rayon $\bar{r}$ et un atome ou plus dans la couronne de rayon $\bar{r}$ + d r est :

$$\bar{r} = \int_0^{\infty} r \, d P(n \geq 1)$$

soit : $\bar{r} = \int_0^{\infty} r \cdot C\, 4\, \Pi\, r^2 \exp\left(-\frac{4}{3}\, \Pi\, r^3\, C\right) d\, r$

posons $r = U$ et $C\, 4\, \Pi\, r^2\, e^{-\,4/3\, \Pi\, r^3\, C} = d\, W$

d'où $W = -\, e^{-\,4/3\, \Pi\, r^3\, C}$

Intégrons par parties :

$$\bar{r} = -\, r\, e^{-\,4/3\, \Pi\, r^3\, C} \Big]_0^{\infty} + \int_0^{\infty} e^{-\,4/3\, \Pi\, r^3\, C}\, d\, r$$

le premier terme est nul.

le calcul de $\bar{r}$ se ramène donc à celui de l'intégrale :

$$\int_0^{\infty} e^{-\,C\, 4/3\, \Pi\, r^3}\, d\, r$$

Pour calculer nous allons nous ramener à une fonction Γ définie par :

$$\Gamma\ (x) = \int_0^{\infty} h^{x-1}\, e^{-\,h}\, d\, h$$

posons $h = C\, \frac{4}{3}\, \Pi\, r^3$ d'où $d\, h = 4\, \Pi\, r^2\, C\, d\, r$

d'où $r = \left(\frac{3}{4\, \Pi\, C}\, h\right)^{1/3}$ d'où $d\, r = \frac{d\, h}{4\, \Pi\, C \left(\frac{3}{4\, \Pi\, C}\, h\right)^{2/3}}$

Nous obtenons donc :

$$\bar{r} = \int_o^\infty \frac{1}{4 \Pi C \left(\frac{3}{4 \Pi C} h\right)^{2/3}} \cdot e^{-h} \, d h$$

$$\text{d'où } \bar{r} = (4 \Pi C)^{-1/3} \cdot 3^{-2/3} \int_o^\infty h^{-2/3} \, e^{-h} \, d h$$

$$\bar{r} = (4 \Pi C)^{-1/3} \cdot 3^{-2/3} \cdot \Gamma\left(\frac{1}{3}\right) = K \cdot C^{-1/3}$$

Nous trouvons dans les tables $\Gamma\left(\frac{1}{3}\right) = 2,6790$.

D'autre part, comme la concentration de notre alliage est de 0,03 soit 3 at. pour 50 mailles ou $2,54.10^{21}$ at. / cm^3.

Finalement, il vient :

$$\bar{r} = 4,08.10^{-8} \text{ cm} \simeq 1,42 \text{ a}$$

ANNEXE IV

Calcul des surfaces S (i)

1°) Cas : r = A on remarque que $S(2) - S(0) = S\left(0, \frac{\Pi}{2}\right) - \frac{A^2}{2}$

De plus S (2) S (θ_1 / θ_2) - S (triangle O A B)

avec $S(\theta_1, \theta_2) = r_1^2 \int_{\theta_1}^{\theta_2} (\sin\theta)^{2/3} \, d\theta = A^2 \int_{\theta_1}^{\theta_2} (\sin\theta)^{2/3}$ d

et $S(\text{triangle O A B}) = \frac{A\,N \times O\,B}{2} = \frac{r_A\, r_B}{2} \sin(\theta_2 - \theta_1)$

Il faut donc calculer θ_1 et θ_2.

θ_1 et θ_2 sont donnés par l'interaction de la courbe

$r = r_1 (\sin\theta)^{1/3}$ et de la droite $r \cos\theta = \frac{A}{2}$ c'est

à dire $r = \frac{A}{2\cos\theta}$ donc $r_1 (\sin\theta)^{1/3} = \frac{A}{2\cos\theta}$

d'où $r_1^3 \sin\theta = \frac{A^3}{8\cos^3\theta}$ d'où $\sin\theta \cos^3\theta = \frac{A^3}{8 r_1^3}$

ici $r_1 = A$ donc $\sin\theta \cos^3\theta = \frac{1}{8}$

ceci est réalisé pour : $\begin{cases} \theta_1 = 7{,}36° = 0{,}13 \text{ rad} \\ \theta_2 = 58{,}1° = 1{,}01 \text{ rad} \end{cases}$

par suite : $S(\theta_1 \; \theta_2) = A^2 \int_{0{,}13}^{1{,}01} (\sin\theta)^{2/3} \, d\theta = 0{,}268\, A^2$

$r_A = r_1 (\sin\theta_1)^{1/3} = 0{,}5041\, A$

$r_B = r_1 (\sin\theta_2)^{1/3} = 0{,}9469\, A$

S (triangle O A B) = 0,1848 A^2

d'où $S(2) = 0{,}083\ A^2$

d'où $S(0) = S(2) - \left[S\left(0, \frac{\Pi}{2}\right) - \frac{A^2}{2} \right]$

$= 0{,}083\ A^2 - \left[0{,}560\ A^2 - 0{,}500\ A^2 \right] \quad = 0{,}023\ A^2$

$S(1) = \frac{A^2}{2} - \left(S(2) + S(0) \right) = 0{,}394$

Le nombre d'atomes de soluté susceptibles de segréger

pour $r_1 = A$

est donc : $P(1) + 2P(2) = \frac{2}{A^2} \quad S(1) + 2S(2) = 1{,}120$

2°) Cas : $r_1 = 1{,}15$ A les surfaces S (0) sont devenues négligeables par rapport à S (1) et S (2).

On a toujours $S(2) = S(\theta_1, \theta_2) - S$ (triangle O A B)

avec ici : $\theta_1 = 4{,}76° = 0{,}08$ rad d'où $r_1 = 0{,}5016$ A

$\theta_2 = 63{,}1° = 1{,}1$ rad d'où $r_2 = 1{,}1069$ A

ainsi $S(\theta_1, \theta_2) = 0{,}4218\ A^2$

et S (triangle O A B) = $0{,}2363\ A^2$

donc $S(2) = 0{,}855\ A^2$

d'où $S(1) = \frac{A^2}{2} - S(2) = 0{,}3145\ A^2$

donc $n_{Mo} = \frac{2}{A^2} \left[S(1) + 2S(2) \right] = 1{,}371$

Nous voyons que nous approchons la valeur cherchée.

Comme la fonction $\frac{2}{A^2}\left[S(1) + 2\,S(2)\right]$ est continue et monotone dans cet intervalle, nous pouvons déduire - par extrapolation linéaire - la valeur de r correspondant à 1,47.

Posons $P = \frac{2}{A^2}\left[S(1) + 2\,S(2)\right]$ et $r = \alpha\ A$

Sachant que : $P = 1{,}12$ pour $\alpha = 1$

$P = 1{,}13$ pour $\alpha = 1{,}15$

on obtient : $P = 1{,}67\ \alpha - 0{,}55$

Pour $P = 1{,}47$ nous avons donc $\alpha = 1{,}21$

soit : $r_1 = 1{,}21\ A \simeq 3$ a.

BIBLIOGRAPHIE

1) J. BAIRD et A. JAMIESON, J. of the Iron Steel Institute 713 (1966)

2) A. PORTEVIN et F. LE CHATELIER, C.R. Acad. Sc. Paris 176 (1923) 507

3) F.R.N. NABARRO, Report of a conference ou the strengh of solids p 38 the Physical Society (1948)

4) A.H. COTTRELL, Phil. Mag. 44 (1953) 829

5) A.H. COTTRELL et B.A. BILBY, Proc. Phys. Soc. A 62 (1949) 49

6) A.H. COTTRELL et M.H. JASWON, M A Proc. Roy. Soc. A 199 (1949) 104

7) A.H. COTTRELL, Phil. Mag. 44 (1953) 829

8) J.D. LUBAHN, Trans AIME, 185 (1949) 702

9) B. RUSSEL, Phil. Mag. 8 (1963) 615

10) B.J. BRINDLEY et P.J. WORTHINGTON, Acta Métal 17 (1969) 1357

11) A.J.R. SOLER-GOMEZ et W.J. McG. TEGART, Phil.Mag. 20 (1969) 495

12) J.D. BAIRD, Métal Progress 4 (1963)

13) R. LAGNEBORG et B.H. FORSEN, Acta Métal 21 (1973) 781

14) F.A. MOHAMED, K.L. MURTY et T.G. LANGDON, Acta Métal 22 (1974) 325

15) P.G. Mac CORMICK, Acta Métal 20 (1972) 351

16) W. CHARNOCK, Phil. Mag. 20 (1969) 427

17) F. JEAN-LOUIS, G. CIZERON et J. PERRIER, Mém. Sci. Rev. Mét. LXII n° 6 (1965) 495

18) G.L. COLLETTE, Mém. Sci. Rev. Mét. LVIII n° 1 (1961)

19) J.L. SNOEK, Physica 8 (1941) 711

20) J. GOUZOU, Journal de Physique, Colloque C_2, Supplément du n° 7, 32 Juillet (1971)

21) E.T. STEPHENSON, Métal Trans. 2 (1971) 1613

22) G. BALDI et G. BUZZICHELLI, Scripta Métal, 7 (1973) 711

23) W. KOSTER et W. HORN, Ach. Eisenh, 37 (1966) 245

24) P. DUBOTS, Thèse d'Etat Orsay à paraître

25) H.G. VAN BUEREN, Imperfections in cristals p 93-94

26) J. FRIEDEL, Pergamon Press : Dislocations

27) Mme J. GUILLOT et J. GRILHE, Mém. Scien. Rev. Métal. LXIX, n° 3 (1972)

28) M. WINTERBERGER, Thèse Université de Paris (1958)

29) Y. QUERE, Défauts ponctuels dans les métaux ed. Masson